



Universidade de Aveiro
Ano 2015

Departamento de Engenharia de Materiais e
Cerâmica

**Sérgio Rodrigo
Marques Pratas**

**Implementação de ferramentas de diamante CVD no
fabrico de metal duro**



Universidade de Aveiro
Ano 2015

Departamento de Engenharia de Materiais e
Cerâmica

**Sérgio Rodrigo
Marques Pratas**

Implementação de ferramentas de diamante CVD no fabrico de metal duro

Tese apresentada à Universidade de Aveiro para cumprimento dos requisitos necessários à obtenção do grau de Mestre em Ciência e Engenharia de Materiais, realizada sob a orientação científica do Doutor Filipe José Alves de Oliveira, Investigador Principal do Laboratório Associado CICECO, e coorientação do Professor Doutor Rui Ramos Ferreira e Silva, Professor Associado do Departamento de Engenharia de Materiais e Cerâmica da Universidade de Aveiro.

o júri

presidente

Professor Doutor Joaquim Manuel Vieira

professor catedrático do Departamento de Engenharia de Materiais e Cerâmica da Universidade de Aveiro

Doutora Joana Catarina Martins Mendes

investigadora de pós-doutoramento do Instituto de Telecomunicações de Aveiro

Doutor Filipe José Alves Oliveira

investigador principal do CICECO, Departamento de Engenharia de Materiais e Cerâmica da Universidade de Aveiro

agradecimentos

Agradeço a toda as pessoas que me possibilitaram chegar até ao momento em que me encontro.

Agradeço ao Dr. Filipe Oliveira e ao Dr. Rui Silva pela orientação que me deram ao longo do trabalho, sem a qual nada seria possível.

Um agradecimento especial ao Dr. Miguel Ângelo, ao Mestre Gil Castro, ao Dr. Eduardo Soares, aos administradores da Durit e aos seus trabalhadores pela paciência e apoio que demonstraram.

À minha família pela educação, apoio e amor durante toda a minha vida.

À minha eterna namorada pelo amor, apoio e sensibilidade que tem constantemente para comigo.

palavras-chave

Deposição química em fase vapor (CVD), filamento quente, maquinagem, furação, compósitos de matriz metálica (MMC)

resumo

Este projeto realizado na UA e na Durit, teve como objetivo alterar um reator HFCVD de dimensão piloto para a produção de revestimentos em multicamada de diamante micro e nanocristalino sobre brocas e fresas de metal duro. As modificações incluíram a utilização de filamentos de W de diâmetro 0,125 mm, a alteração do porta-substratos de cobre por um de cerâmico de nitreto de silício, o isolamento do termopar e a fixação de distâncias entre os tubos que direcionam os gases percursores para as ferramentas e os filamentos e entre os filamentos inferiores e o porta-substratos.

Com base nestas alterações desenvolveram-se as seguintes condições para o crescimento de filmes de diamante microcristalino (MCD) e nanocristalino (NCD), válidas para filmes simples ou em multicamada e para o revestimento de uma ou várias ferramentas:

- MCD: fluxo total de 1465 ml/min, com 98,5% de H_2 e 1,5% de CH_4 , temperatura dos filamentos de 2200 °C e do substrato entre 820-850 °C;

- NCD: fluxo total de 400 ml/min, com 87,6 % de H_2 , 3,6 % de CH_4 e 8,8 % de argon, temperatura dos filamentos superior a 2175 °C e do substrato de 700 °C.

Em ambas as condições conseguiu-se utilizar o mesmo valor de pressão (15 mbar) o que facilita a transição dos parâmetros nos revestimentos em multicamada. Obtiveram-se taxas de crescimento de 1 $\mu\text{m/h}$ para MCD e 0,4 $\mu\text{m/h}$ para NCD.

De um lote de ferramentas depositadas em simultâneo usou-se uma broca de 3,6 mm de diâmetro na furação de um compósito MMC ($Al-15\%Al_2O_3$). As forças axiais de corte (F_z) e as forças tangenciais (F_x e F_y) medidas através de um dinamómetro tri-axial foram comparadas com as forças de corte sentidas por uma ferramenta não revestida com diâmetro idêntico e com os mesmos parâmetros de furação: avanço, $f = 0,025 - 0,149$ mm/rotação; velocidade de corte, $V_c = 25 - 65$ m/min e velocidade de penetramento, $V_f = 110-660$ mm/min.

Inicialmente a ferramenta não revestida apresenta esforços de corte menores, mas em condições mais agressivas fratura catastroficamente por gripagem no furo, devido provavelmente a desgaste excessivo da aresta de corte. A ferramenta revestida em multicamada sofre fratura apenas na aresta de corte, muito provavelmente devido ao pré tratamento que remove o cobalto. No entanto e apesar da fratura, o filme de diamante continuou a participar no processo de corte, tanto na face de ataque como na face de saída, o que impede a falha catastrófica da ferramenta, ao contrário do que acontece com a não revestida.

keywords

Chemical vapour deposition (CVD), hot filament, machining, drilling, metal matrix composites (MMC)

abstract

This project was carried out at UA and Durit, and aimed at modifying a HFCVD pilot scale reactor for the production of multilayer coatings of micro and nanocrystalline diamond on carbide drill bits and cutters. The modifications made include the use of 0.125 mm diameter W of filaments, the change copper carrier substrates by a silicon nitride ceramic, isolating the thermocouple, setting the distance between the filaments and the tubes that direct the precursor gases to the tools and fixing the distance between the bottom filaments and the substrate holder.

Based on these changes the following conditions were developed for the growth of microcrystalline (MCD) and nanocrystalline (NCD) diamond films valid for single and multilayer films and for coating one or several tools:

- MCD: total flow of 1465 ml/min with 98.5% H₂ and 1.5% CH₄, filament temperature of 2,200 °C and substrate temperature between 820-850 °C;
- NCD: total flow of 400 ml/min with 87.6% H₂, 3.6% CH₄ and 8.8% argon, filament temperature higher than 2175 °C and substrate temperature of 700 °C.

In both conditions it was possible to use the same pressure (15 mbar) which facilitates the transition between the MCD and NCD parameters when depositing multilayer coatings. Growth rates of 1 µm/hr and 0.4 µm/h were obtained for MCD and NCD, respectively.

A 3.6 mm diameter drill bit coated in a batch of 7 tools was used to drill a MMC composite (Al-15% Al₂O₃). The axial cutting forces (F_z) and the tangential forces (F_x and F_y) measured using a tri-axial dynamometer were compared to the cutting forces experienced by an uncoated tool with the same diameter when cutting with the same drilling parameters: feed, $f = 0.025$ to 0.149 mm/rev; cutting speed, $V_c = 25 - 65$ m/min and infeed speed, $V_f = 110-660$ mm/min.

Initially the uncoated tool displays lower F_z values, but more aggressive conditions (high infeed rates) result in the catastrophic failure of the drill bit fracture in the hole, probably due to excessive wear of the cutting edge. The multilayer MCD/NCD coated tool suffered fracture of the cutting edge, probably because of pre-treatment which removes cobalt and reduces its mechanical strength. However, despite the fracture, the diamond film continued to participate in the cutting process, both at the rake face and the exit face, preventing the catastrophic tool failure, unlike to what happens with the uncoated one.

Índice

1. Introdução	1
1.1 Enquadramento e objetivos	1
1.2 Revestimentos de diamante CVD para maquinagem de materiais abrasivos.....	2
1.3 Operações de maquinagem.....	4
1.3.1 Brocas e parâmetros de furação.....	4
1.3.2 Forças na furação.....	6
1.3.3 Geometria da ferramenta	7
1.3.4 Desgaste da ferramenta.....	9
1.3.5 Tempo de vida de ferramentas revestidas	12
1.4 Brocas helicoidais de WC-Co revestidas a diamante CVD.....	13
1.5 Reprodutibilidade do processo HFCVD.....	16
1.6 Furação de materiais abrasivos com ferramentas WC-Co diamante CVD	17
2. Materiais e métodos.....	19
2.1 Brocas de WC-Co.....	19
2.2 Pré tratamentos na superfície das brocas	19
2.3 Desenvolvimento do método HFCVD	20
2.4 Caracterização das ferramentas	23
2.5 Compósito MMC para testes de furação	24
2.6 Ensaio de furação	25
2.6.1 Aquisição de forças	25
2.6.2 Condições de maquinagem.....	25
3. Resultados e discussão	27
3.1 Desenvolvimento do método HFCVD	27
3.1.1 Testes iniciais.....	27
3.1.2 Alterações ao reator	31
3.1.3 Revestimentos de diamante microcristalino (MCD)	36
3.1.4 Revestimentos de diamante nanocristalino (NCD)	41
3.2 Revestimentos multicamada	47
3.2.1 Revestimento multicamada de várias ferramentas simultaneamente	50
3.2.2 Ensaio de furação	52
4. Conclusões.....	61
Bibliografia.....	63
Anexos.....	67

Índice de Figuras

Figura 1 - a) Furação e movimentos envolvidos [7]; b) Broca helicoidal em metal duro [8]	5
Figura 2 - Forças exercidas pela broca durante a furação [11]	7
Figura 3 - Terminologia do corpo de uma broca helicoidal [10]	8
Figura 4 - Locais de desgaste predominantes numa broca helicoidal [11]	10
Figura 5 - Dinâmica do corte ao nível da aresta principal do corte	11
Figura 6 - Planos de modificação no início da hélice (plano-côncavo) em diferentes vistas.	12
Figura 7 - Brocas HAM 310 [22].	19
Figura 8 - Vista exterior e interior do reator HFCVD	21
Figura 9 - Micrografia SEM do compósito Al-MMC atacada pelo reagente Keller	24
Figura 10 - Bloco de MMC aparafusado à célula dinamométrica no interior do centro de maquinagem CNC	25
Figura 11 - Vista geral do porta-substratos de cobre	28
Figura 12 - Fotografias mostrando o aspeto da "Ferramenta 1" após deposição	29
Figura 13 - Aspeto macroscópico da "Ferramenta 2" após deposição	30
Figura 14 - Tubos de alumina perfurados e chapas ranhuradas	32
Figura 15 - Chapas de molibdénio ranhuradas aparafusadas ao porta-substratos	33
Figura 16 - Evolução das temperaturas do filamento e do substrato nas condições de deposição de MCD, com as chapas de metal, Ferramenta 4	33
Figura 17 - Aspeto visual da "Ferramenta 4" revestida durante 1h, utilizando grelha de dissipação em molibdénio	34
Figura 18 - Vista geral da zona de deposição após as alterações efetuadas	35
Figura 19 - Novo arranjo no interior do reator, em funcionamento, configuração de (4x2) 8 filamentos	36
Figura 20 - Evolução das temperaturas do filamento e do substrato nas novas condições de deposição de MCD, Ferramenta 5	37
Figura 21 - Aspeto da "Ferramenta 5" após revestimento com MCD nas novas condições do reator	38
Figura 22 - Evolução das temperaturas do filamento e do substrato nas novas condições de deposição de MCD, para a "Ferramenta 6"	38
Figura 23 - Micrografias SEM das Ferramentas 5 e 6, F5 e F6 respetivamente.	40
Figura 24 - Espetros μ -Raman das Ferramentas 5 e 6, revestidas com MCD	41
Figura 25 - Evolução das temperaturas do filamento e do substrato nas novas condições de deposição de NCD, para a "Ferramenta 7"	42
Figura 26 - Aspeto visual da "Ferramenta 7" após revestimento com NCD	42

Figura 27 - Evolução das temperaturas do filamento e do substrato nas novas condições de deposição de NCD, para a "Ferramenta 8"	43
Figura 28 - Amostra "Ferramenta 8", revestimento de NCD	44
Figura 29 - Micrografias SEM das Ferramentas 7 e 8, F7 e F8 respectivamente	45
Figura 30 - Espectros μ -Raman das Ferramentas 7 e 8, revestidas com NCD	46
Figura 31 - Evolução das temperaturas do filamento e do substrato na deposição de seis camadas alternadas MCD/NCD, "Ferramenta 9"	48
Figura 32 - Aspeto visual da "Ferramenta 9" após revestimento multicamada MCD/NCD.	48
Figura 33 - Micrografias SEM da Ferramenta 9, F9	49
Figura 34 - Espectros μ -Raman da Ferramenta 9, revestida com multicamada	50
Figura 35 - Revestimentos multicamada feitos simultaneamente em 7 brocas	51
Figura 36 - Forças sentidas pela peça na furação consecutiva de 6 furos com a ferramenta A nas condições do ensaio número 6: com velocidade de corte máxima de 50 m/min e avanço de 0,149 mm/rotação.	52
Figura 37 - Evolução de F_z , F_x e F_y para furação com a ferramenta B, não revestida, durante o ensaio número 6, com velocidade de corte de 50 m/min e avanço de 0,149 mm/rotação	53
Figura 38- Força axial (F_z) em função do avanço, para uma velocidade de corte constante de 50 m/min, na furação com broca revestida (A) e não revestida (B).	54
Figura 39- Força axial (F_z) em função da velocidade de corte, para um avanço constante de 0,1 mm/rotação, para furação com a broca multicamada MCD/NCD e com a broca não revestida.	54
Figura 40 - Ferramenta antes (A) e depois da limpeza (B) com NaOH	56
Figura 41 - Delaminação do filme de diamante na aresta principal de corte e no bico de corte, em diferentes ampliações.	56
Figura 42 - Profundidade dos pré tratamentos químicos.	56
Figura 43 - Aresta de corte, onde é possível observar a fratura do metal duro	57
Figura 44 - Dinâmica do corte após fratura da aresta e delaminação parcial, onde se podem ver as zonas mais solicitadas na aresta de corte	58
Figura 45 - Início da face de ataque	59
Figura 46 - a e b: Início da face de saída	59
Figura 47- a e b: Início da face de ataque, onde é possível observar o filme de diamante multicamada a delaminar por camadas, sob diferentes ampliações	60

Índice de Tabelas

Tabela I – Condições de deposição do filme de diamante, adaptado de [3]. T_s - temperatura do substrato; T_f - temperatura do filamento.....	16
Tabela II – Condições de deposição de trabalhos anteriores [3].	22
Tabela III - Condições de deposição testadas em trabalhos anteriores [3, 23, 33).	23
Tabela IV - Sequência de testes e relação entre os parâmetros de furação usados, para as ferramentas com $D_n=3,6$ mm de diâmetro, revestida e não revestida.....	26
Tabela V - Condições de deposição das Ferramentas 1 a 8	27
Tabela VI – Condições de deposição finais, otimizadas para revestimentos MCD e NCD em multicamada.....	47

1. Introdução

1.1 Enquadramento e objetivos

O presente projeto foi desenvolvido no âmbito de uma colaboração entre o Departamento de Engenharia de Materiais e Cerâmica (DEMaC) /Instituto de Materiais de Aveiro (CICECO), a Escola Superior de Tecnologia e Gestão de Águeda (ESTGA) da Universidade de Aveiro e a empresa Durit – Metalurgia Portuguesa do Tungsténio, Lda. A Durit está situada na zona industrial de Albergaria-a-Velha e o seu ramo de atividade é a produção de componentes à base de metal duro (WC-Co), um material composto formado por grãos duros de carboneto de tungsténio ligados com uma fase metálica ligante, normalmente o cobalto [1].

O trabalho centrou-se no desenvolvimento de ferramentas de corte em metal duro revestido por diamante CVD usadas para maquinar materiais como ligas de alumínio, compósitos de matriz metálica (MMC), compósitos de matriz polimérica reforçados por fibras (polímeros reforçados com fibra de vidro-GFRP ou com fibra de carbono-CFRP) e compósitos carbono-carbono. Um dos objetivos do trabalho consistiu na modificação de um reator de deposição química em fase vapor assistida por filamento quente (HFCVD), existente no DEMaC/CICECO, de modo a que as condições de operação se assemelhassem às de um reator de dimensão semi-industrial, ou seja com potencial para revestir em simultâneo até 70 brocas ou fresas por dia de forma segura e reproduzível. Ajustaram-se igualmente as condições de deposição CVD para se obterem revestimentos finos em multicamada de diamante micro e nanocristalino e testaram-se brocas revestidas e não revestidas na furação de um compósito MMC (Al-15%vol Al_2O_3). Com este tipo de revestimentos de diamante procurou-se reduzir as forças de corte na maquinagem, melhorar a qualidade do acabamento da peça e aumentar a vida da ferramenta. Os ensaios das ferramentas foram efetuados na ESTGA e as ferramentas de metal duro foram cedidas pela Durit.

1.2 Revestimentos de diamante CVD para maquinagem de materiais abrasivos

O processamento de materiais duros de elevada abrasividade para aplicações de desgaste envolve etapas de maquinagem que exigem o uso de ferramentas que garantam a precisão e qualidade de acabamento com grandes cadências de produção. Uma das operações importantes na maquinagem das ligas e compósitos acima descritos é a furação. Por exemplo, só num pequeno avião são efetuados 100 000 furos, enquanto que milhões de furos são efetuados num avião comercial para fixação de juntas, rebites e parafusos. As características dos furos, tais como a rugosidade, circularidade e linearidade por toda a secção são fundamentais para o comportamento futuro da peça. Um mau acabamento pode levar ao aparecimento de pontos de concentração de tensões, originando microfissuras que diminuem a integridade estrutural do compósito [2].

A furação envolve grande atrito e deformação plástica entre a peça e a ferramenta o que origina elevadas forças mecânicas para se proceder ao desbaste do material. Estas forças mecânicas desenvolvem altas temperaturas que por sua vez originam gradientes térmicos locais, o que ajuda a promover o desgaste prematuro da ferramenta. Também a adesão à ferramenta de material que está a ser cortado (aresta postiça), e os elevados tempos de maquinagem, promovem o desgaste ou falha prematura da ferramenta e originam um acabamento superficial grosseiro favorecendo a baixa precisão dimensional e a probabilidade da rejeição da peça final [2]. Todos estes problemas levam a uma necessidade constante de aperfeiçoamento e teste de novas ferramentas, sob diferentes condições de maquinagem e em diferentes tipos de materiais.

Uma das grandes inovações com vista a superar os problemas descritos prende-se com a utilização de revestimentos sob a forma de filmes finos. Um desses filmes finos é um revestimento de diamante obtido por deposição química em fase vapor (CVD) nas ferramentas de metal duro. Este revestimento possui uma excelente resistência ao desgaste, boa condução térmica, baixa reatividade química e propriedades elétricas isolantes. Estes filmes de diamante podem ser produzidos através do método HFCVD na forma de revestimentos de diamante microcristalino ou nanocristalino. Uma boa uniformidade do revestimento e os pequenos raios das arestas de corte das ferramentas permitem reduzir substancialmente os esforços mecânicos durante o corte

(forças de corte), o que juntamente com a otimização dos parâmetros da máquina-ferramenta para cada peça, origina tempos de maquinagem mais rápidos. No caso do diamante nanocristalino o corte tem maior precisão dimensional devido à baixa rugosidade, o que evita problemas de delaminação e de rugosidade excessiva no acabamento dos furos nos compósitos da matriz metálica.

O crescimento do filme de diamante CVD é originado pela reação dos gases precursores, tipicamente o H_2 e o CH_4 , que origina hidrogénio atómico, grupos metilo e radicais de carbono. Estas espécies ativas originam o crescimento de um filme de diamante por mecanismos de absorção e adsorção e recombinação na superfície. Na técnica HFCVD a decomposição dos gases precursores é feita mediante a sua passagem num filamento incandescente de tungsténio a uma temperatura de aproximadamente 2200 °C. As taxas de deposição e crescimento dos filmes de diamante são controladas pelo caudal de gás e consequentes quantidades de precursores existentes na reação, pela pressão da câmara onde se dá a reação e pela temperatura do substrato. O método HFCVD permite também fazer a deposição de filmes finos em várias ferramentas ao mesmo tempo e em camadas alternadas de filmes microcristalinos e nanocristalinos, temas a explorar neste trabalho.

Para se proceder à deposição de filmes de diamante CVD a ferramenta sofre um pré tratamento, de modo a retirar uma camada de cobalto da superfície do metal duro, (tipicamente entre 15 e 20 μm de profundidade). Deste modo inibe-se a formação de grafite durante a deposição e também se aumenta a rugosidade superficial da ferramenta o que promove o aumento das forças de adesão do filme de diamante à superfície do substrato por processos de micro-ancoragem. Após este pré tratamento, a ferramenta é submetida a um processo de riscagem numa suspensão de pó de diamante em etanol de modo a aumentar os pontos de nucleação para o crescimento dos filmes finos [3]. A ausência superficial do cobalto diminui a tenacidade do metal duro, mas aumenta as suas propriedades refratárias o que poderá possibilitar velocidades de maquinagem mais elevadas [4].

Durante a maquinagem o filme de diamante sofre um desgaste localizado muito intenso nas arestas de corte da ferramenta, que pode levar à delaminação do filme de diamante da ferramenta. A exposição da superfície do metal duro provoca o aumento das forças de corte e também o aumento excessivo da temperatura na peça e na ferramenta o que pode provocar danos na peça maquinada e na ferramenta. As

ferramentas de metal duro revestidas com filmes de diamante ainda se encontram em fase de desenvolvimento, pois os maiores problemas prendem-se com a qualidade dos filmes, as baixas forças de adesão dos filmes ao substrato e a reprodutibilidade no fabrico dos mesmos.

1.3 Operações de maquinagem

1.3.1 Brocas e parâmetros de furação

A operação de furação de um material é um processo de maquinagem que resulta de um movimento de corte rotativo entre uma ferramenta e uma peça, em que o avanço é paralelo ao eixo de rotação da ferramenta, Figura 1a. As operações de furação são realizadas na sua maioria por brocas helicoidais, Figura 1b, desenvolvidas pela primeira vez em 1863 por Morse [5], no entanto só durante a primeira parte do século XX é que este novo desenho de broca foi comercializado, devido ao aumento da resistência ao desgaste e da vida da broca, conseguido com a introdução do aço rápido - HSS (High Speed Steel). O desenho da broca helicoidal mantém-se estável até hoje provando ser a geometria mais eficiente em termos de resistência ao desgaste, durabilidade da ferramenta e a que provoca menores valores de torque e forças de corte.

Os valores de rugosidade, linearidade e circularidade nos furos obedecem a normas ISO e devem constar no desenho mecânico da peça. As propriedades mecânicas do material perto do furo (propriedades mecânicas residuais) são diferentes do que as propriedades mecânicas longe do furo, pois a furação é um processo de corte por arranque de aparas, provocando danos estruturais no material. As propriedades mecânicas residuais dependem dos parâmetros de maquinagem, que sendo demasiado altos baixam substancialmente as mesmas, levando a fragilidades e perda de resistência mecânica na peça. As condições de maquinagem e o tipo de ferramenta influenciam fortemente a qualidade dos furos, sendo que a baixa qualidade dos mesmos é responsável por 60% das rejeições dos compósitos na indústria. Do ponto de vista económico estes valores são incomportáveis, portanto torna-se necessário um teste e uma escolha acertada dos parâmetros de maquinagem, bem como o uso de ferramentas adequadas, que permitam uma relação qualidade/tempos de maquinagem satisfatória e cada vez mais elevada [6].

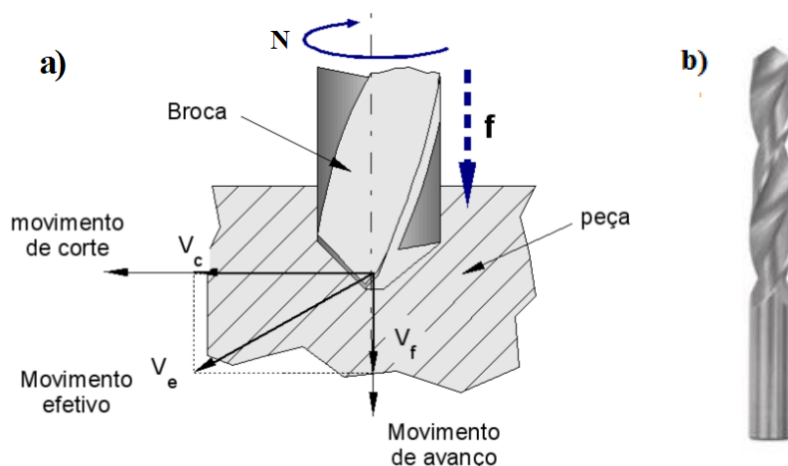


Figura 1 - a) Furação e movimentos envolvidos [7]; **b)** Broca helicoidal em metal duro [8]

No processo de furação existem dois tipos de movimentos envolvidos: os que provocam a formação da apara e os que não intervêm diretamente na formação da apara, designados de movimentos auxiliares. Estes últimos, entre a peça e a ferramenta, são: o movimento de penetração que determina a profundidade do furo, o movimento de posicionamento que procede a aproximação inicial da ferramenta à peça e o movimento de ajuste que compensa o desgaste ocorrido na aresta de corte da ferramenta.

Os movimentos principais entre a peça e a ferramenta que provocam a formação da apara estão divididos em movimento de corte, que origina uma única remoção de apara por rotação e no movimento de avanço, que somado ao movimento de corte permite remover apara continuamente ou descontinuamente, criando o furo pretendido. A junção destes dois movimentos cria o movimento efetivo de corte, Figura 1. A estes movimentos estão associadas direções, percursos e velocidades. As direções são instantâneas em cada um destes movimentos e os percursos são os mesmos percorridos pela aresta de corte na direção do corte. Velocidade de corte (V_c) é a velocidade instantânea de um ponto na aresta de corte segundo a direção e sentido de corte, sendo a definição válida para velocidade de avanço (V_f) e velocidade efetiva de corte (V_e), Figura 1 [5, 9].

As grandezas de corte para a maquinagem podem ser ajustadas direta ou indiretamente numa máquina-ferramenta, e delas constam o avanço por minuto, que é determinante para o tempo de corte. O penetramento radial (P_r) que é medido perpendicularmente ao eixo de rotação da ferramenta, sendo no máximo igual ao valor do raio da mesma e o penetramento axial (P_a) que é medido paralelamente ao eixo de

rotação da ferramenta.

As velocidades de corte (V_c), de avanço (V_f) e tempos de furação, podem ser calculadas através das seguintes equações [9]:

$$V_c = \pi \cdot \frac{D_n \cdot N}{1000} \quad (\text{eq. 1})$$

D_n - diâmetro nominal da ferramenta (mm);

N - velocidade angular da ferramenta (RPM).

$$V_f = f \cdot N \quad (\text{eq. 2})$$

f - avanço por rotação ou penetramento axial (mm);

$$t_c = \frac{Z \cdot I}{N \cdot f} \quad (\text{eq.3})$$

t_c - tempo de furação (minutos);

Z - profundidade do furo (mm);

I - número de furos;

A escolha dos parâmetros de corte exerce uma grande influência sobre a qualidade dos furos e a viabilidade económica do processo. Velocidades de corte muito elevadas podem provocar sobreaquecimento e desgaste prematuro da ferramenta, bem como perda das propriedades mecânicas residuais da peça. O empeno da peça também é algo a considerar quando altas temperaturas são provocadas pela velocidade excessiva. Velocidades subdimensionadas provocam forças de corte excessivamente altas resultando em vibrações parasitas e consequente quebra da ferramenta, além de subaproveitar as capacidades do conjunto máquina/ferramenta, encarecendo o processo. Valores de avanço incorretos podem produzir aderência de metal à ferramenta criando irregularidades na aresta de corte (aresta de corte postiça), originando falta de precisão dimensional e forças excessivas de corte. A saída da apara durante o processo de corte deve ser otimizada, dimensionando-se as velocidades de corte e avanço de modo a que a apara abandone o furo sem nenhuma obstrução [5, 9, 10].

1.3.2 Forças na furação

Durante o processo de furação com brocas helicoidais, surgem variadas forças fruto do contacto da ferramenta com a peça. Estas forças de corte são classificadas como forças de torção, devido à rotação da ferramenta, e forças de compressão, devido

ao avanço da mesma. Essas forças dividem-se em componentes verticais e horizontais, Figura 2. As mesmas são criadas pela oposição que a superfície a furar exerce sobre o avanço e rotação da ferramenta, respectivamente. O processo de corte ocorre ao longo da aresta principal de corte e da aresta transversal de corte, (descriminadas na próxima secção), ao efetuar o movimento de corte são geradas forças com componentes paralelas ao eixo de rotação da ferramenta, F_{f1} e F_{f2} e delas surgem os valores da força de avanço. As forças F_{p1} e F_{p2} são as componentes perpendiculares ao eixo de rotação, e das mesmas surgem os valores de torque da furação. Os valores de torque e força de avanço alteram-se com os parâmetros e com o tempo de furação caso ocorra desgaste ou a peça não saia de forma contínua [11].

Em termos quantitativos a aresta transversal de corte contribui entre 40 a 60 % para o valor da força de avanço e a aresta principal de corte contribui com 70 a 90 % do valor de torque. Ao atrito entre a peça e a ferramenta é atribuído um valor máximo de 15% para o torque e 5 % para a força de avanço [6, 11].

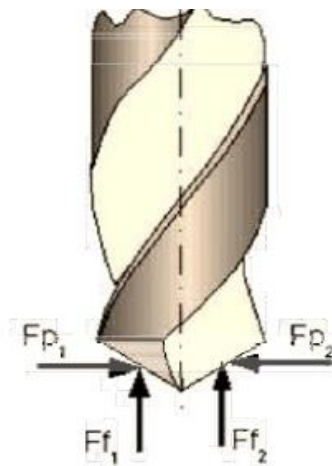


Figura 2 - Forças exercidas pela broca durante a furação [11]

1.3.3 Geometria da ferramenta

As brocas helicoidais têm uma geometria precisa e bem definida, estando identificados comprimentos, larguras, espessuras e ângulos, Figura 3.

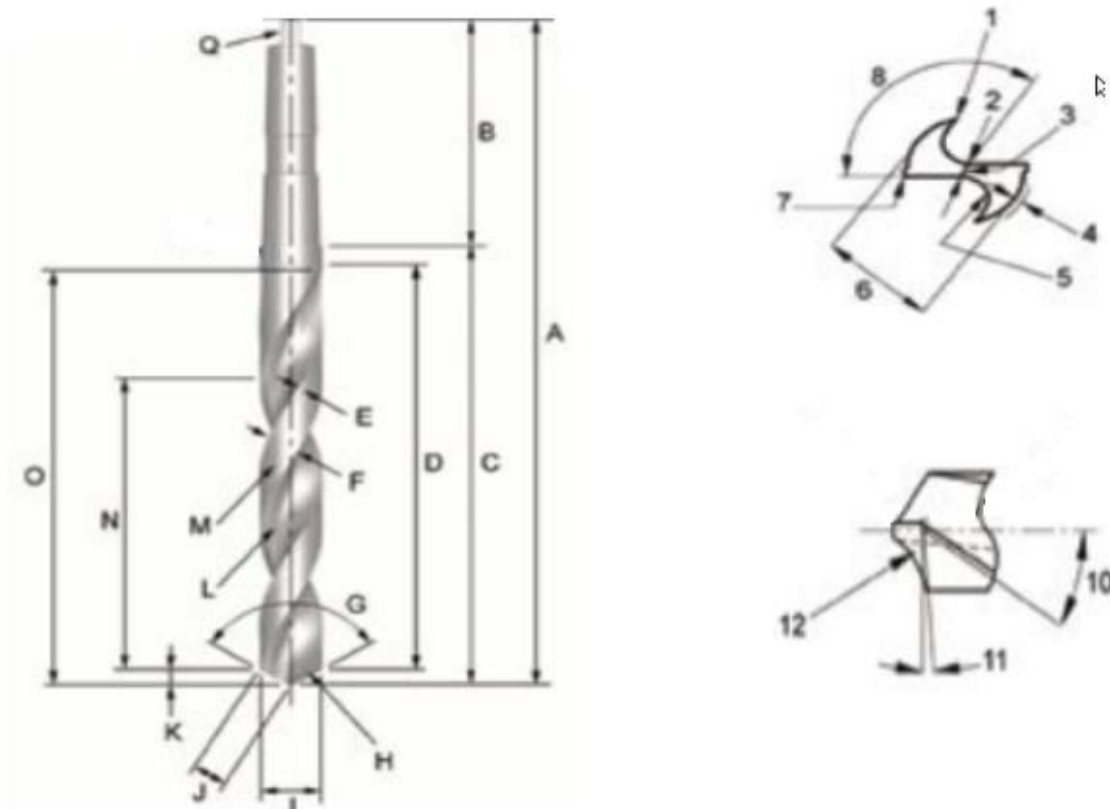


Figura 3 - Terminologia do corpo de uma broca helicoidal [10]

A – Comprimento total; B – Haste; C – Corpo; D – Extremidade cônica; E – Largura do campo; F – largura das costas; G – Ângulo da ponta; H – Aresta principal de corte e início da face de ataque; I – Diâmetro; J – Aresta principal de corte (comprimento); K – Ponta; L – Aresta de corte da hélice; M – Superfície lateral de folga; N – Passo; O – Comprimento do canal; 1 – Quina; 2 – Espessura; 3 – Aresta transversal de corte; 4 – Profundidade; 5 – Canal (escoamento da apra); 6 – Diâmetro da superfície lateral de folga; 7 – Bico de corte; 8 – Ângulo da aresta transversal; 10 – Ângulo da hélice; 11 – Ângulo lateral de folga ou de alívio; 12 – Face de saída ou de flanco.

O ângulo da ponta varia com a dureza dos materiais a furar, devendo estar acima de 135° para o corte de materiais duros. O ângulo lateral de folga ou de alívio reduz o atrito entre a peça e a ferramenta e facilita o penetramento axial, deve estar compreendido entre 6° e 15° e diminui com o aumento de dureza da peça. O ângulo de hélice também altera com o material a furar e deve variar inversamente ao aumento de dureza da peça, até um certo valor. Este ângulo auxilia o desprendimento da apra [6, 9, 10].

1.3.4 Desgaste da ferramenta

Com o tempo de trabalho e condições de maquinagem, a ferramenta tende a sofrer desgaste e a perder as suas qualidades e eficiência de corte. Isto resulta no aumento do tempo de maquinagem, falta de rigor dimensional do furo e acabamento grosseiro, com possibilidade de rejeição da peça e quebra da ferramenta, o que leva a um consequente aumento de custos associados. O desgaste é o resultado de diversos processos associados ao atrito da ferramenta com a peça durante o processo de corte e que dependem da natureza do material a cortar, de parâmetros de corte mal dimensionados, escolha inadequada da ferramenta para a peça a maquinar e qualidade da própria ferramenta. A combinação destes esforços mecânicos, térmicos e químicos nas arestas de corte da ferramenta promove vários tipos de mecanismos de desgaste, tais como:

1) Desgaste por adesão

A velocidades de corte relativamente baixas e devido à compressão nas interfaces apra/ferramenta, (face de ataque) e peça/ferramenta, (face de saída) com respetivo aumento de temperatura, surge o fenómeno de adesão de material à ferramenta. Esta adesão cria uma aresta postiça de corte, (material encruado e de elevada dureza), que cresce sucessivamente à medida que mais camadas de material da peça maquinada ficam soldadas. Quando esta aresta postiça de corte se parte, pode arrancar camadas superficiais da ferramenta, contribuindo assim para o seu desgaste. Este tipo de desgaste é mais suscetível de acontecer na maquinagem de materiais dúcteis.

2) Desgaste por difusão

A velocidades muito elevadas e com o consequente aumento de temperatura, são desencadeadas reações químicas entre as arestas de corte e a peça. Estas reações químicas de difusão devem-se à diferença de concentração química nos elementos da estrutura do material e desencadeiam o enfraquecimento e quebra da aresta de corte. A consequente formação de uma cratera na aresta de corte é típica deste mecanismo de desgaste, que ocorre muito na furação de ligas metálicas com ferramentas de WC-Co.

3) Desgaste por abrasão

A abrasão entre a peça e a ferramenta resulta da ação de partículas de elevada dureza presentes na peça. Este desgaste deve-se às inclusões duras no corpo da peça a

maquinar ou a fragmentos da própria ferramenta de corte. Este tipo de mecanismo provoca o aumento do raio da aresta de corte e o seu consequente boleamento. A capacidade de boleamento da ferramenta por abrasão está diretamente relacionada com a sua dureza. Quanto maior for a dureza da ferramenta menor será este desgaste por abrasão. Na maquinagem, essa dureza está relacionada com a dureza a quente, pois quanto maior for a temperatura menor será a dureza do material.

4) Desgaste por oxidação

Os mecanismos de oxidação resultam de interações químicas entre a peça e a ferramenta, originadas pelas altas temperaturas do processo de corte. O desgaste da ferramenta é mais sentido na aresta principal de corte e no bico de corte, uma vez que a velocidade de corte é maior que no centro. Esse aumento faz com que as forças envolvidas e as temperaturas sejam maiores, facilitando os mecanismos de desgaste acima referidos [12]. A Figura 4 ilustra os locais predominantes de desgaste.

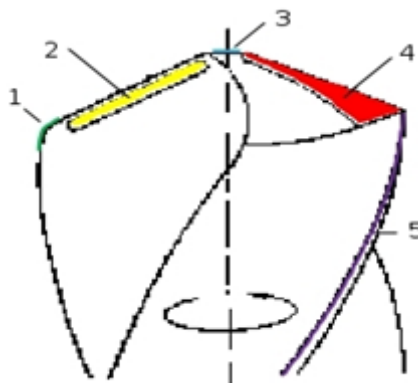


Figura 4 - Locais de desgaste predominantes numa broca helicoidal [11]

1 - Bico de corte; **2** - Aresta principal de corte e início da hélice; **3** - Aresta transversal de corte; **4** - Face de saída ou de flanco; **5** - Aresta de corte da hélice.

Estes mecanismos de desgaste podem ser combinados ou atuar isoladamente. Deles resultam a falha catastrófica da ferramenta (avaria), ou a remoção contínua de material das superfícies de corte ao longo do tempo (desgaste). O desgaste da ferramenta é responsável por diminuir a precisão dimensional do furo e a eficiência de produção, pois leva ao aumento indesejável da rugosidade do furo devido ao aumento das forças de corte, da temperatura, das vibrações e dos custos de produção. Estes aspetos tornam a diminuição dos processos de desgaste o alvo de inúmeros estudos e progressos. Destes salientam-se o aumento das características fundamentais das ferramentas, tais como a dureza, resistência mecânica, estabilidade química,

condutividade térmica e diminuição do coeficiente de expansão térmica. [6, 9, 11, 12].

As forças de corte durante a furação são tanto menores quanto mais afiada for a aresta de corte. Do mesmo modo, a qualidade do furo é superior pois os níveis de rugosidade superficial no furo são menores. O raio da aresta de corte influencia o ângulo da hélice e quanto maior for o raio da mesma, maior se torna o ângulo da hélice, chegando mesmo a valores acima de 90 graus com a horizontal, Figura 5. Este aumento acentuado do raio da aresta de corte, boleamento, provocado por desgaste é indesejável, pois provoca a diminuição da eficiência do corte [13, 14]. Neste caso as forças de corte são divididas por uma área maior, o que diminui a deformação plástica localizada para se dar o corte do material, sendo necessária mais força para cortar o material. Quando o boleamento da aresta de corte toma valores elevados a força de corte apenas promove deformação elástica no material a cortar e a ferramenta deixa de funcionar. Todos estes processos originam elevadas forças de corte com consequente falta de precisão dimensional do furo e gasto adicional de energia [3, 12-15].

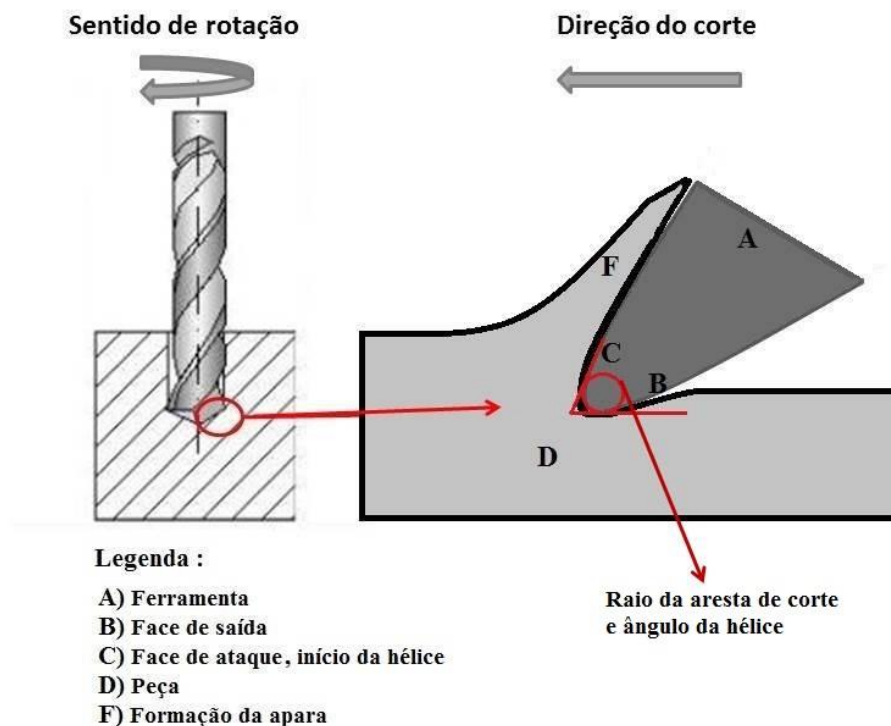


Figura 5 - Dinâmica do corte ao nível da aresta principal do corte

Uma das grandes modificações na geometria da broca, para contrariar este

feito, prende-se com a adição de um plano-côncavo na face de ataque, feito imediatamente a seguir á aresta de corte e no começo da hélice, Figura 6.

Estes dois planos, efetuados com o recurso a uma mó abrasiva ou através do processo de electro erosão, aplicável também nas ferramentas de metal duro, permitem manter o ângulo da hélice em valores sempre abaixo de 90 °. Estes valores permitem contrariar o efeito de compressão elástica do material a cortar, promovendo um corte mais eficaz e a diminuição das forças envolvidas no processo, como demonstram Zhang et al. [5].

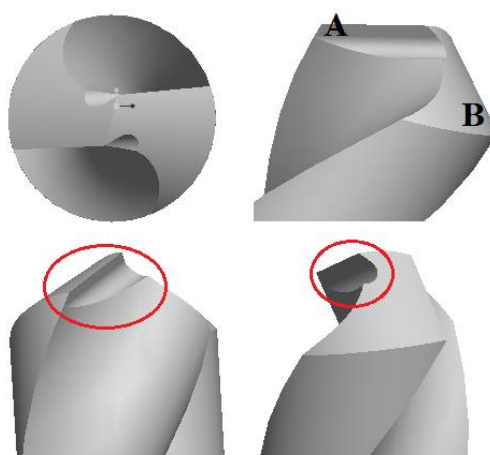


Figura 6 - Planos de modificação no início da hélice (plano-côncavo) em diferentes vistas. **A** – Face de ataque; **B** – Face de saída [5].

Outro grande avanço é a introdução de revestimentos superficiais, tais como filmes finos de diamante CVD, que iremos abordar no próximo capítulo. Revestimentos deste tipo criam uma capa de elevada dureza na ferramenta, além das suas qualidades de elevada condutividade térmica e estabilidade química. Estas características fazem das ferramentas WC-Co revestidas a diamante CVD um alvo de constante melhoria e inovação.

1.3.5 Tempo de vida de ferramentas revestidas

Uma ferramenta revestida a diamante CVD ou com qualquer outro tipo de revestimento, chega ao final da sua vida normalmente através da delaminação do filme da aresta principal de corte e do bico de corte. Este desprendimento causa a exposição

do corpo da ferramenta e consequente aumento de forças, temperaturas e mecanismos de desgaste, provocando o fim de vida útil da mesma. Devido às elevadas forças e velocidades de corte praticadas com as ferramentas CVD, assim que o WC-Co do corpo da ferramenta fica exposto a ferramenta deve ser substituída imediatamente sob pena de danificar a peça. Com isto e para uma aplicação industrial, torna-se necessário o uso de sistemas de monitorização de alta eficiência do processo de corte, que permitam determinar em tempo real o desgaste e o nível de vida da ferramenta [3, 12, 15].

O desgaste, correspondente ao tempo máximo de vida de uma broca helicoidal de WC-Co revestida a diamante CVD, pode ser determinado indiretamente, com a monitorização das variáveis de corte, tais como forças, torque, temperaturas, acabamento superficial da peça e emissão acústica (AE) do processo de corte [9, 13]. À medida que o desgaste da ferramenta aumenta também estas variáveis aumentam. A medição das forças pode ser feita com o recurso a um sensor dinamométrico acoplado à máquina. As medições de temperaturas podem ser feitas com o auxílio de um termopar, colocado junto da aresta de corte, na peça, ou através de um pirómetro de infravermelhos. Os valores de vibração acústica (AE) do processo de corte de metais, são um bom indicador do estado de desgaste da ferramenta, pois as vibrações acústicas aumentam com o atrito e alteração de forma da apara e da geometria de corte [5, 9, 12, 13].

As maneiras indiretas de monitorização passam pela análise laboratorial por microscopia ótica e eletrónica de varrimento, em que se pode relacionar o desgaste das arestas de corte com os parâmetros de maquinagem [6, 9, 12, 13].

1.4 Brocas helicoidais de WC-Co revestidas a diamante CVD

Estas ferramentas combinam a extrema dureza do diamante, baixo coeficiente de atrito e boa condução térmica, com a grande dureza e resistência do metal duro, (WC-Co), criando assim uma ferramenta, que permite velocidades de maquinagem elevadas.

Um dos grandes esforços no aumento da eficiência e durabilidade destas ferramentas prende-se com o aumento das forças de adesão entre o filme de diamante policristalino e a ferramenta. As baixas forças de adesão são fruto, entre outras, da baixa densidade de nucleação do diamante, que promove o aparecimento de vazios interfaciais e consequentes pontos de propagação de microfissuras. Estas microfissuras, sob a

influência das altas forças e temperaturas durante a maquinagem, vão atuar como locais preferenciais de delaminação do filme e consequente invalidação da ferramenta. Este problema de adesão é um dos maiores nas ferramentas e que limitam a sua utilização com segurança e de um modo reproduzível. O conteúdo de cobalto presente nas brocas e fresas de metal duro (WC-Co), (tipicamente entre 6 e 10 %), impede a formação do filme fino de diamante, já que o cobalto a altas temperaturas se promove a formação de grafite [3, 12, 15].

A adesão do filme de diamante ao substrato de metal duro é feita por mecanismos de natureza química e mecânica. Os mecanismos de natureza mecânica, são os que permitem a ligação física entre os cristais de diamante e o substrato, estando relacionada com o acabamento superficial do substrato. Para isso utiliza-se um pré tratamento superficial, efetuado com o reagente químico, Murakami, que ataca o WC da estrutura. Este ataque promove uma superfície rugosa e a exposição do cobalto, que posteriormente é removido com o recurso a água-régia.

O problema da adesão do filme de diamante ao substrato de metal duro depende também das tensões residuais. A diferença nos coeficientes de expansão térmica do diamante e do metal duro, origina tensões durante o arrefecimento da peça (componente extrínseca das tensões residuais). Essas tensões provocam fragilidades e pontos de possível rutura entre o filme fino e o substrato de metal duro. A presença de impurezas, micro fissuras e grafite na estrutura do diamante também contribui para as tensões residuais, (componente intrínseca das mesmas), [3, 12, 15].

Os seguintes trabalhos estudam a influência de pré tratamentos antes da deposição do filme de diamante, nomeadamente a criação de diversas camadas alternadas de material, entre o filme de diamante e o substrato da ferramenta, de modo a aumentar as forças de adesão do filme de diamante à ferramenta e a eficiência da mesma. Estes poderão ser também adotados no futuro, como alternativa aos tratamentos comuns que removem o cobalto da superfície da aresta de corte. De modo a melhorar a adesão dos revestimentos de diamante ao substrato, a adição de camadas de Cr/CrN, foi estudada por Polini et al., com resultados bastante promissores [16]. O uso de um pré tratamento superficial de boronização, para substratos com altos teores de cobalto aponta para forças de adesão significativamente superiores, quando comparadas com outros métodos tradicionais [17]. A criação de uma camada de TiC/TiN, entre o substrato da ferramenta e o filme de diamante desenvolvida por Faure et al. aumenta as

forças de adesão do revestimento à ferramenta [18]. No que se refere a alterações na geometria da ferramenta, uma patente Norte Americana, afirma que a adição de cortes paralelos à aresta principal de corte, promove o aumento da resistência ao desgaste do revestimento da ferramenta, embora não sejam apresentados resultados de medições experimentais [19].

O método HFCVD permite variar o tamanho dos cristais de diamante nos filmes produzidos, podendo ser microcristalinos (MCD) ou nanocristalinos (NCD). Esta diferença é causada pela variação dos parâmetros de deposição que geram diferentes mecanismos de crescimento. Estes promovem dois tipos de microestrutura: a colunar, em que os cristais crescem a partir da primeira camada depositada e a equiaxial, onde pequenos cristais crescem aleatoriamente. Esta última, típica de NCD é provocada pelo aumento da nucleação secundária conseguida através do aumento (muito controlado, devido à formação de grafite), da razão de gases CH_4/H_2 , sob a aplicação de uma corrente de polarização ou usando árgon para facilitar os processos de renucleação [3, 12, 15]. Tipicamente a primeira microestrutura origina um filme de diamante microcristalino (MCD) enquanto a segunda dá origem a um filme de diamante nanocristalino (NCD). O filme NCD possui uma superfície muito menos rugosa o que diminuiria as forças de maquinagem, mas a sua dureza é inferior devido à presença de carbono sp^2 na estrutura do filme [12, 15, 20]. A rugosidade característica do revestimento MCD provoca um elevado atrito da ferramenta com a peça a maquinar. Neste tipo de revestimento as pontas dos cristais de diamante vão oferecer grande resistência no início da furação até partirem ou desgastarem. Esta resistência aumenta o torque e as forças de corte envolvidas, podendo provocar a delaminação do revestimento [12, 15, 20]. Nos revestimentos NCD, este atrito será menor pois a superfície deste revestimento é muito mais uniforme e de baixa rugosidade devido ao tamanho manométrico dos cristais de diamante. A utilização destas ferramentas permite menores taxa de desgaste da aresta de corte, como demonstrado por Zhang et al. [3, 16, 21].

O sucesso das brocas WC-Co revestidas com diamante CVD depende do aumento das forças de adesão entre o revestimento e o substrato e do tamanho de cristal do revestimento. O revestimento NCD apresentará valores inferiores de força axial, durante a maquinagem, mas menor compatibilidade com o substrato, devido ao aumento das tensões intrínsecas. O revestimento MCD apresenta maior dureza e maior

compatibilidade com o substrato. O ideal, e um dos objetivos do presente trabalho é a junção destes dois revestimentos, formando camadas alternadas de MCD com NCD, aproveitando o melhor de cada um deles.

1.5 Reprodutibilidade do processo HFCVD

A formação dos filmes de diamante NCD e MCD nas ferramentas, efetuada por HFCVD, requer uma superfície física estável para colocar as mesmas. Essa superfície chamada de porta-substratos deve ser de fácil manuseamento e permitir a deposição em várias ferramentas ao mesmo tempo. O porta substratos deve ser feito em materiais que mantenham a integridade física, química e dimensional durante o máximo de deposições, assegurando uma boa parte da reprodutibilidade do processo. Dependendo das condições de deposição e da quantidade de filamentos de tungstênio, presentes para assegurar uma boa homogeneidade térmica, em redor das ferramentas, o número das mesmas por substrato pode ser alterado.

Duarte efetuou a deposição, em 5 brocas simultaneamente, usando 9 filamentos de W de 0,3 mm de diâmetro, 20 mbar de pressão de gás sob um fluxo de 1 litro por minuto, nas condições da Tabela I [3]. Essas condições, consideradas ideais para a deposição numa broca, deveriam ter sido ajustadas para a deposição simultânea em várias brocas pois quando se aumentou o número de brocas, também aumentou o tamanho médio dos cristais de diamante. Para o desenvolvimento do filme de NCD a razão de gases deverá ser superior a 0,0204 ou dever-se-á utilizar árgon na mistura dos mesmos [3]. A adição de árgon promove o aumento da nucleação secundária através da incorporação de defeitos na superfície de crescimento do diamante e como consequência diminui o tamanho de grão do diamante [22, 23].

A reprodutibilidade do processo depende da junção de todos os fatores presentes, tanto na ferramenta como no reator CVD e condições de deposição. Posteriores testes nas ferramentas deverão assegurar a segurança das mesmas para futura comercialização.

Tabela I – Condições de deposição do filme de diamante, adaptado de [3]. T_s- temperatura do substrato; T_f- temperatura do filamento.

Razão de gases (CH ₄ /H ₂)		T _s (°C)	T _f (°C)
NCD	0,0204	900 ± 5	2075 ± 20
MCD	0,0152	900 ± 5	2070 ± 20

1.6 Furação de materiais abrasivos com ferramentas WC-Co diamante CVD

Existem materiais, que devido à sua natureza abrasiva e necessidade de rapidez de maquinagem, apenas podem ser furados com o recurso a esta tecnologia. Desses materiais constam as ferramentas de metal duro pré-sinterizado, os compósitos, tais como os GFRP, (plásticos reforçados com fibra de vidro), CFRP, (plásticos reforçados com fibra de carbono) compósitos carbono-carbono, ligas de alumínio nomeadamente a A390 com 17% de Si e compósitos MMC de matriz metálica e partículas abrasivas cerâmicas. O revestimento de diamante aumenta consideravelmente a eficiência das ferramentas de WC-Co e o seu tempo de vida. Durante a furação da liga de alumínio A390, com uma ferramenta de 3 mm de diâmetro o seu tempo de vida atinge valores mais de 10 vezes superiores em relação a uma ferramenta não revestida [24]. A precisão dimensional do furo também é afetada, pois para ferramentas de WC-Co não revestidas, o diâmetro do furo altera 15 μm durante o tempo de vida medido de 525 furos. Com o revestimento de diamante o tempo de vida aumentou para 5000 furos, com uma alteração de 3 μm no diâmetro do furo [24].

Na furação de materiais compósitos com fibras, a qualidade do furo é a prioridade. Esta qualidade é determinada pelo acabamento superficial do furo, rugosidade e precisão dimensional. Nos compósitos GFRP e CFRP, a qualidade dos furos é afetada pela força de avanço, forças de corte e qualidade da ferramenta. Os maiores defeitos prendem-se com a fissuração da matriz compósita e a delaminação entre as várias camadas que compõem o compósito. As velocidades de avanço e de corte influenciam a delaminação, sendo preferíveis velocidades de corte maiores e velocidades de avanço menores. A qualidade da ferramenta é o grande fator a desenvolver pois permite parâmetros de corte elevados, com a garantia da boa qualidade do furo [6, 25]. Para a furação de GFRP o número de furos de uma ferramenta não revestida foi de 3000 e 30000 para uma ferramenta revestida [21]. Os parâmetros de corte usados para o teste em GFRP foram 40000 RPM e taxa de avanço de 0,0125 mm/rotação. O teste realizado em CFRP com brocas de WC-Co NCD não especificou os parâmetros de corte utilizados, mas a medição do desgaste da aresta de corte revelou um valor de 30 μm ao fim de 200 furos, contra os 30 furos da ferramenta sem revestimento [21]. Outro estudo feito por Gu et al. indica temperaturas do furo durante a furação para CFRP de 200 °C [26], o que poderá afetar a integridade da própria matriz

polimérica.

Para uma liga de alumínio A390 reforçado com 15% de partículas de SiC os parâmetros de maquinagem usados com uma broca de 6 mm de diâmetro foram: 2100 rpm, avanço 0,20 mm/rotação e profundidade do furo 20 mm [24]. As medições de vida da ferramenta indicaram 160 furos de uma ferramenta não revestida e 8075 de uma ferramenta revestida [24].

2. Materiais e métodos

2.1 Brocas de WC-Co

Para o presente trabalho usaram-se brocas helicoidais de WC-Co da marca HAM, fornecidas pela empresa Durit, com diâmetros compreendidos entre 2,5 mm e 3,6 mm. A Figura 7 mostra as características mais relevantes das mesmas. As brocas HAM 310 são do tipo N, de corte para o lado direito com duas arestas principais de corte. O ângulo da ponta é de 120 ° e o ângulo da hélice é de 30 °. São compostas de metal duro com 8-10 % de cobalto e o tamanho médio de grão de WC é cerca de 1 µm [27].

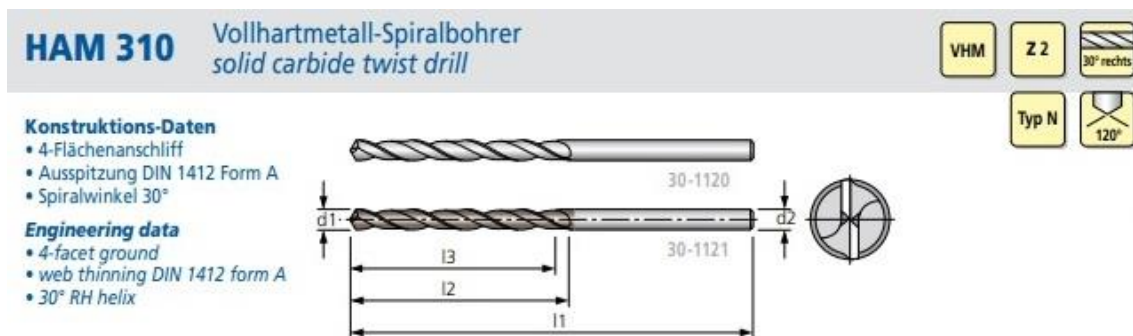


Figura 7 - Brocas HAM 310 [22].

2.2 Pré tratamentos na superfície das brocas

O pré tratamento para o revestimento com diamante CVD foi realizado em duas etapas: primeiro com uma solução alcalina denominada reagente de Murakami (10 g de $K_3(Fe(CN)_6)$ + 10 g de KOH para 100 ml de H_2O), utilizada para atacar os grãos de carboneto de tungstênio, deste modo aumentando a rugosidade superficial do substrato; a segunda etapa consiste na remoção do cobalto com o recurso a uma solução ácida denominada de *Aqua Regia* (HNO_3 + 3HCL). Estas etapas foram feitas em banho de ultra-sons para promover a homogeneização do ataque. No final de cada etapa as amostras foram lavadas em água destilada e no final dos pré tratamentos em etanol. Os tempos dos pré tratamentos usados foram de 15 minutos para a solução Murakami e 3 minutos para a *Aqua Regia* [3]. A profundidade do pré tratamento foi medida com recurso a microscopia eletrónica de varrimento (SEM – Hitachi S4100), após fratura das

brocas revestidas.

No final dos pré tratamentos químicos as amostras foram sujeitas a uma “riscagem” em ultra sons numa suspensão de etanol e diamante com granulometria de 15 μm , durante 60 minutos. Esta operação de riscagem promove um aumento dos pontos de nucleação de diamante que durante a deposição vão atuar como locais de crescimento de modo a recobrir o substrato homogeneamente. Este recobrimento homogéneo diminui os pontos de ausência de diamante na interface filme - substrato o que favorece as forças de adesão entre o filme de diamante e a ferramenta [28].

2.3 Desenvolvimento do método HFCVD

Os filmes finos de diamante foram produzidos num reator HFCVD, representado na Figura 8. O reator é constituído por uma câmara de reação cilíndrica, em aço inoxidável de dupla parede com 50000 cm^3 de volume. O arrefecimento é feito com água, que circula entre as duas camadas do aço inoxidável. A pressão no interior da câmara é mantida por uma bomba de vácuo, sendo a evacuação feita lateralmente. A entrada dos gases é feita pela parte superior da câmara e direcionada para as amostras através de dois tubos de aço inoxidável perfurados. Os filamentos de tungsténio, para o aquecimento e a ativação dos gases, são colocados longitudinalmente com recurso a duas chapas de cobre ranhuradas, sendo as mesmas aparafusadas ao reator e em contacto com o circuito de refrigeração. Uma das chapas de cobre possui um esticador que permite manter os filamentos sempre na mesma posição ao longo do tempo de deposição. Este conjunto está ligado à fonte de potência e encontra-se isolado eletricamente do reator através de isoladores feitos em Al_2O_3 . A potência elétrica é fornecida por uma fonte de alimentação de corrente contínua com capacidade até 400 A.

As ferramentas são colocadas verticalmente entre os filamentos de tungsténio com o recurso a um porta substratos, feito em varão de cobre perfurado, que pode ser movido verticalmente através de um motor elétrico. A temperatura dos filamentos é monitorizada com o recurso a um pirómetro ótico de duas cores e através de uma janela de observação na parte dianteira do reator. A temperatura do substrato é medida através de um termopar tipo K. O termopar é colocado entre as ferramentas, através de um furo no porta substratos. O caudal dos gases percursores é controlado com o recurso a controladores de fluxo de massa. Os parâmetros de deposição são selecionados,

monitorizados e controlados via PC:

- **P** - Pressão no interior da câmara (mbar)
- **F** - Fluxo dos gases percursores H_2 , CH_4 e Ar ($ml.min^{-1}$)
- **I** - Corrente elétrica nos filamentos (A)
- **T_f** - Temperatura dos filamentos ($^{\circ}C$)
- **T_s** - Temperatura do substrato ($^{\circ}C$)
- **t_{arref}** - Tempo de arrefecimento (min)



Figura 8 - Vista exterior e interior do reator HFCVD

1 – Reator HFCVD de parede fria; **2** – Unidade de controlo; **3** - Fonte de potência; **4** – Pirómetro ótico; **5** – Válvulas de entrada dos gases percursores; **6** – Tubos perfurados para orientação dos gases percursores para as amostras; **7** – Porta substratos de cobre; **8** – Termopar tipo K; **9** – Filamentos de tungsténio de 300 μm de diâmetro; **10** – Chapas de cobre ranhuradas para suporte dos filamentos, com uma distância de 15 cm entre ambas; **11** – Amostra ou substrato; **12** – Esticador dos filamentos.

A distância entre os filamentos e entre filamentos e o substrato influencia a temperatura dos mesmos e a do substrato, tendo-se determinado um espaçamento de 10 mm entre filamentos e 10 mm entre filamentos e substrato. Este espaçamento assegura a quantidade de espécies suficientes para o crescimento de diamante sem prejudicar as temperaturas do processo [29- 31].

O principal objetivo do presente trabalho consiste no desenvolvimento das condições de deposição e crescimento de filmes de diamante em multicamada sobre múltiplas ferramentas de metal duro. Pretende-se assegurar a produção de filmes de diamante em até 70 brocas ou fresas em simultâneo, de forma reprodutível e segura.

Anteriormente já se produziram filmes de diamante MCD e NCD em 5 ferramentas simultaneamente com as condições apresentadas na Tabela II. No entanto os filmes apresentavam falta de homogeneidade entre as várias ferramentas e o tamanho das cristalites de diamante foi maior que o esperado tanto no MCD como no NCD [3], sobretudo quando se passou da deposição de apenas uma ferramenta para várias em simultâneo. Isto deve-se à dificuldade em atingir as condições ideais de deposição, no que diz respeito às temperaturas de filamento (T_f demasiado baixas) e de substrato (T_s demasiado elevadas).

Tabela II – Condições de deposição de trabalhos anteriores [3].

Tipo de Revestimento	Pressão (mbar)	Fluxo (ml/min)	% H₂	%CH₄	%Ar	T_f (°C)	T_s(°C)
MCD	20	1000	98,5	1,5	0	2070±20	900±5
NCD	20	1000	98	2	0	2075±20	900±5

Para a execução do presente projeto, foi necessário retomar este conhecimento prévio, iniciando-se os testes de deposição com apenas uma ferramenta de cada vez, primeiro em condições de obtenção de diamante microcristalino e depois em condições de diamante nanocristalino. Para isso foram usadas 9 amostras, cada uma usada para testar diferentes condições de deposição, Tabela III. Uma vez encontradas as condições ideais para os filmes de MCD e NCD foi feita a deposição em multicamada na última amostra, F9. Por fim escalou-se para o revestimento em várias ferramentas simultaneamente.

Os filmes de NCD são obtidos através do aumento da nucleação secundária, que é conseguida com o aumento da quantidade de hidrocarbonetos presentes na reação, através do aumento da razão de gases CH₄/H₂ ou também através da introdução de gases nobres como o argón, que substituem parcialmente a quantidade de H₂ na reação [3, 15, 23]. Decidiu-se utilizar argón para a produção de NCD, também com base em conhecimento prévio do grupo de investigação, mas que nunca tinha sido utilizado neste reator (apenas nos reatores HFCVD de menores dimensões). A percentagem de 8,8 % de argón usada nas deposições NCD provém de trabalhos anteriores [23]. As percentagens de metano usadas, tanto no MCD como no NCD são fruto de trabalhos de investigação anteriores em reatores diferentes, de menores dimensões [3, 23, 33], Tabela III.

A pressão no interior da câmara foi variada ao longo dos testes, de modo a encontrar-se um só valor que pudesse ser usado na deposição dos filmes de MCD e NCD, para facilitar a transição aquando da deposição de filmes em multicamada. Inicialmente toma valores entre 20 e 100 mbar, até serem encontrados os valores finais. Quanto mais alta a pressão menos gás é consumido pois aumenta o tempo de residência. Isto seria ideal, pois o aumento do tempo de residência também favorece o aumento das taxas de crescimento dos filmes de diamante [34]. O tempo de residência (t_r) em segundos, indicado na Tabela III, representa o tempo que uma molécula de gás se encontra no interior do reator e pode ser calculado através da equação 5 [35].

$$t_r = \frac{K_r \cdot P \cdot V}{Q} \quad (\text{eq.5})$$

K_r – Constante ($0,592 \text{ Pa}^{-1}$)

P – Pressão no interior da camara (Pa)

V – Volume do reator (cm^3)

Q – Fluxo de gases precursores (ml/min)

Tabela III - Condições de deposição testadas em trabalhos anteriores [3, 23, 33].

Tipo de revestimento	Pressão (mbar)	Fluxo (ml/min)	% H ₂	%CH ₄	%Ar	T _f (°C)	T _s (°C)	t _r (s)
MCD	20 - 100	1200	98,5	1,5	0	> 2200	800-900	50
MCD	20 - 100	1465	98,5	1,5	0	> 2200	800-900	41
NCD	20 - 100	1365	87,6	3,6	8,8	> 2200	800-900	44
NCD	20 - 100	400	87,6	3,6	8,8	> 2200	800-900	150

2.4 Caracterização das ferramentas

As brocas foram analisadas visualmente antes das deposições, com recurso a uma lupa, de modo a determinar a integridade das lâminas de corte bem como dos bicos de corte. Após as deposições as ferramentas destinadas aos ensaios de furação foram analisadas visualmente com o recurso a um microscópio ótico. Após as deposições nas ferramentas 5 a 9, os filmes de diamante foram caracterizados para avaliação da sua qualidade, microestrutura e taxas de crescimento. As brocas revestidas durante a etapa inicial de desenvolvimento do processo foram analisadas com recurso a microscopia eletrónica de varrimento (SEM, Hitachi S4100) e espectroscopia μ -Raman, (Jobin Yvon,

Horiba-HR800), recorrendo a um laser com comprimento de onda de 532 nm, para avaliação estrutural dos filmes de diamante. O local, na ferramenta, analisado, foi a zona da ponta, junto ao bico de corte. Foi escolhida para esta análise a ponta da broca, por ser a zona que está sujeita a maiores esforços durante a furação. As microestruturas, a homogeneidade e as espessuras dos filmes de diamante foram analisadas com recurso ao SEM, o local de análise foi a ponta da broca e as arestas de corte. Foi necessário partir as brocas de modo a serem colocadas no porta-amostras do SEM.

Depois dos ensaios de furação a ferramenta revestida também foi observada por SEM de modo a determinar o desgaste do diamante e analisar possíveis zonas de delaminação do filme.

2.5 Compósito MMC para testes de furação

O material utilizado para os testes de furação foi um disco compósito de matriz metálica (MMC) do tipo W6A.15A, constituído por uma liga de alumínio 6061 reforçado com 15 % vol de partículas de alumina. A Figura 9 mostra uma micrografia obtida por microscopia eletrónica de varrimento (SEM) da microestrutura do compósito Al-Al₂O₃. As partículas irregulares de alumina (5-15 µm) estão distribuídas na matriz de alumínio, dentro dos grãos e através das fronteiras de grão do alumínio. É possível observar que a microestrutura em geral não tem porosidade. A densidade foi medida através do método de Arquimedes e revelou um valor de 2,83 g.cm⁻³. A dureza Vickers foi medida usando uma carga de 10 kgf e o resultado foi HV10 = 113 kgf/mm².

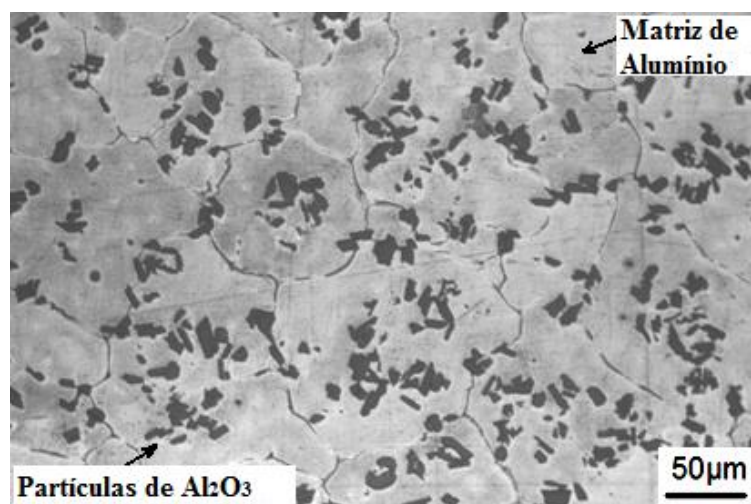


Figura 9 - Micrografia SEM do compósito Al-MMC atacada pelo reagente Keller

2.6 Ensaios de furação

2.6.1 Aquisição de forças

Os ensaios de furação foram efetuados na ESTGA, num centro de maquinagem por controlo numérico CNC (Cincinnati Arrow VMC500) com capacidade até 6000 RPM. Foi usado um cilindro da liga compósita de alumínio com Al_2O_3 (MMC), Figura 10, aparafusado a uma célula dinamométrica KISTLER (type 5233A) de 10 KN, ligada a um amplificador de sinal para transmitir as forças axiais a um computador que as regista durante o ensaio. A célula foi ajustada para uma força máxima de 500 N nos eixos X,Y e 1 KN no eixo Z.



Figura 10 - Bloco de MMC aparafusado à célula dinamométrica no interior do centro de maquinagem CNC

2.6.2 Condições de maquinagem

Foi usada uma broca revestida nas condições otimizadas de obtenção de revestimentos em multicamada, e foram testadas nove parâmetros de corte diferentes, de 6 furos cada, com uma profundidade de 10 mm, feito em apenas uma etapa. Estas mesmas condições foram repetidas para uma broca não revestida, de modo a comparar as forças durante o corte e a longevidade de uma ferramenta revestida com uma não revestida.

Os parâmetros de maquinagem foram a velocidade de avanço e a velocidade de corte. A velocidade de avanço (V_f) foi variada desde 110 mm por minuto até 660 mm por minuto ao passo que a velocidade de corte (V_c) foi variada de 25 a 65 m por minuto. Através das equações 1, 2 e 3 foram determinados os restantes parâmetros da furação

tais como a velocidade angular da ferramenta (N), o avanço por rotação (f) e o tempo de furação (t_c), Tabela IV. A limitação de rotação máxima da máquina CNC a 6000 RPM e os reduzidos diâmetros das brocas impediram a utilização de velocidades de avanço e de corte superiores. É importante referir que para o corte de ligas de alumínio com ferramentas de metal duro de diâmetro 3,6 mm, necessitaríamos de velocidades de rotação entre 6000 a 12000 RPM [36].

Tabela IV - Sequência de testes e relação entre os parâmetros de furação usados, para as ferramentas com $D_n=3,6$ mm de diâmetro, revestida e não revestida

Nº Ensaio	V_f (mm/min)	f (mm/ rotação)	N (RPM)	t_c (s)	V_c (m/min)
1	110	0,050	2210	5,5	25
2	110	0,025	4420	5,5	50
3	220	0,050	4420	2,7	50
4	330	0,075	4420	1,8	50
5	440	0,100	4420	1,4	50
6	660	0,149	4420	0,9	50
7	330	0,100	3305	1,8	37,4
8	575	0,100	5750	1	65
9	220	0,100	2210	2,7	25

3. Resultados e discussão

3.1 Desenvolvimento do método HFCVD

3.1.1 Testes iniciais

Neste capítulo é descrita a evolução das condições de deposição nas 9 amostras até serem encontradas as condições ideais para os revestimentos multicamada neste reator. Iniciou-se pela preparação da deposição do filme de MCD na “Ferramenta 1 (F1)” respeitando as condições da Tabela V.

Tabela V - Condições de deposição das Ferramentas 1 a 8

Ferramenta e tipo de revestimento	Pressão (mbar)	Fluxo (ml/min)	% H₂	%CH₄	%Ar	T_f (°C)	T_s (°C)	t_r (s)
F1 MCD	20 - 100	1200	98,5	1,5	0	> 2200	800-900	50
F2 NCD	20 - 100	1365	87,6	3,6	8,8	> 2200	800-900	44
F3 MCD	20	1200	98,5	1,5	0	> 2200	800-900	50
F4 MCD	20	1200	98,5	1,5	0	> 2200	800-900	50
F5 MCD	15	1465	98,5	1,5	0	> 2200	835	31
F6 MCD *	15	1465	98,5	1,5	0	> 2200	860	31
F7 NCD	50 - 100	400	87,6	3,6	8,8	> 2200	860	374
F8 NCD *	15	400	87,6	3,6	8,8	> 2175	700 ± 10	112

* Estas condições serão as usadas para a produção de MCD e NCD nos revestimentos em multicamada, da “Ferramenta 9”.

Foi usada uma configuração de 8 (4x2) filamentos de tungstênio com 0,3 mm de diâmetro. O termopar foi colocado junto da ferramenta através de um furo no porta-substratos de cobre e os tubos perfurados que orientam os gases para o substrato foram posicionados adequadamente, Figura 11.

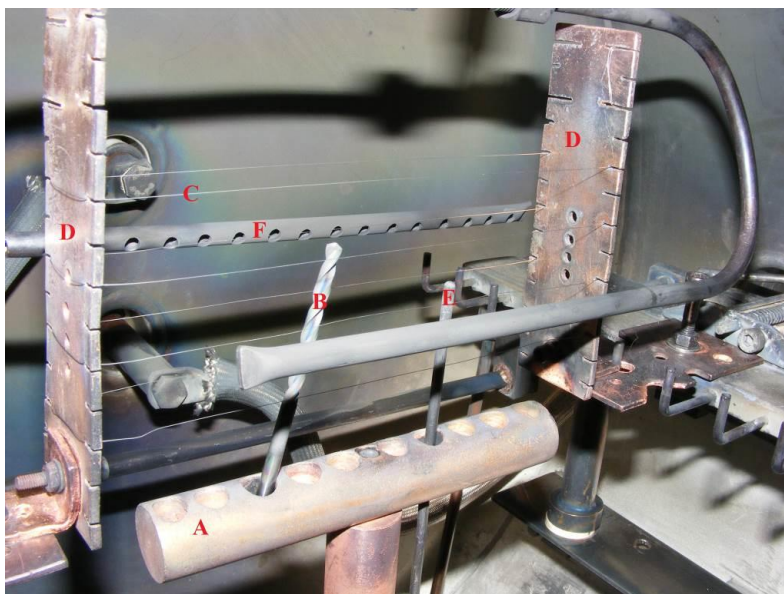


Figura 11 - Vista geral do porta-substratos de cobre (A), da amostra (B), dos filamentos (C) e das respectivas chapas de suporte dos filamentos (D) bem como do termopar (E) e dos tubos de gás perfurados (F).

O procedimento para a deposição de qualquer filme de diamante segue os seguintes passos:

- O reator é fechado e a câmara evacuada até 2×10^{-2} mbar.
- Uma vez alcançada esta pressão os fluxos de gás são ligados e a evacuação continua por mais 5 minutos de modo a homogeneizar o gás no interior do reator.
- Em seguida, a válvula principal de vácuo é fechada e seleciona-se a pressão (100 mbar, nesta primeira amostra, de modo a manter o tempo de residência o mais alto possível).
- A corrente é aumentada manualmente, os filamentos iniciam a sua carburização, etapa durante a qual as temperaturas de deposição permanecem instáveis.
- As temperaturas do processo começam a estabilizar após o final da carburização dos filamentos.

No caso da Ferramenta 1 a revestir com MCD, e após 20 minutos de deposição, os mesmos registavam uma temperatura de $T_f = 1900$ °C e $T_s = 910$ °C de temperatura de substrato, condições fora dos parâmetros usuais de deposição, como se pode verificar na Tabela V. Numa tentativa de baixar a temperatura do substrato a pressão foi descida para 50 mbar e ao fim de uma hora para 20 mbar, o que se revelou ineficaz. A temperatura de substrato que inicialmente desceu 70 °C, ao fim de duas horas de

deposição registava 900 °C, com tendência para subir, enquanto a temperatura dos filamentos se mantinha em 1900 °C. A experiência foi terminada ao fim de 3 horas e a temperatura dos filamentos registava 1900 °C e o substrato 935 °C. A ferramenta foi retirada e apresentava heterogeneidade no revestimento, com uma cor escura, principalmente no topo, e uma textura característica de um recobrimento com carbono amorfo. Também foi possível observar zonas onde o filme depositado delaminou, possivelmente devido à alta temperatura registada no substrato, Figura 12.

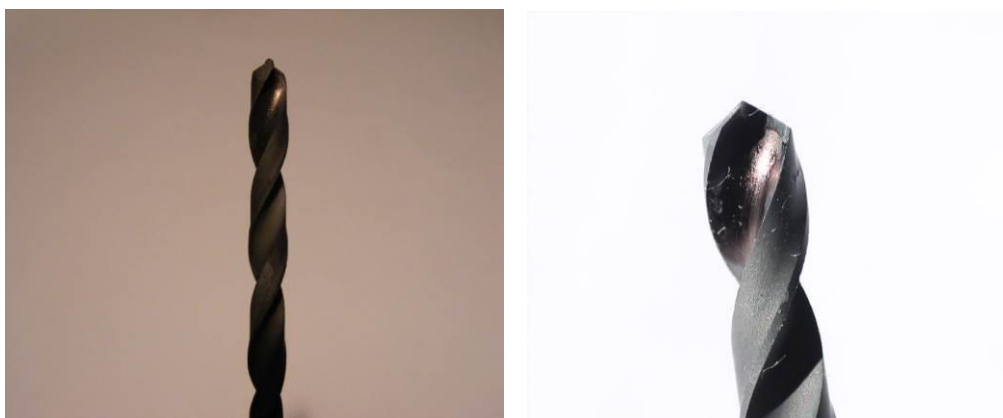


Figura 12 - Fotografias mostrando o aspeto da "Ferramenta 1" após deposição

Numa tentativa de reduzir a temperatura do substrato foi realizado um segundo ensaio. A pressão foi mantida a 20 mbar desde o início da deposição e o número de filamentos foi reduzido para o mínimo que assegure a distribuição uniforme da temperatura na ferramenta, que para uma ferramenta de 56 mm de comprimento se determinou ser 6 (3x2) filamentos. Esta redução fez com que fosse possível aumentar a temperatura dos filamentos para 2000 °C embora a temperatura do substrato continuasse na gama dos 900 °C e com tendência para subir ao longo do tempo. Este ensaio foi realizado apenas para estudar a temperatura do substrato em função do número de filamentos usados. Deste modo comprovou-se que para o reator os filamentos de W com diâmetro 0,3 mm emitem demasiada potência calorífica para se estabilizarem as condições de deposição pretendidas.

Numa tentativa de ajustar igualmente as condições de deposição do diamante nanocristalino, fez-se uma deposição numa fresa de 4 mm de diâmetro com a

composição dos gases em condições de NCD, Tabela V, na “Ferramenta 2”, utilizando-se também 6 filamentos. Apesar da introdução de árgon, as temperaturas registradas foram semelhantes às do ensaio anterior, com MCD. Ao fim de três horas a experiência foi terminada registrando 2000°C de temperatura nos filamentos para 890°C do substrato a 50 mbar. A ferramenta foi retirada do reator e apresentava uma cor azulada e escura, com um aspeto “queimado/oxidado”, Figura13.



Figura 13 - Aspeto macroscópico da "Ferramenta 2" após deposição

Após a deposição observou-se que ficou depositada uma grande camada de carbono amorfo sobre os tubos que introduzem os gases, sobre o porta-substratos e sobre as chapas de cobre que suportam os filamentos. Esta quantidade de carbono amorfo indica que o fluxo total de gases precursores de 1365 ml/min e a grande quantidade de fluxo de CH₄ inerente, 50 ml/min, é demasiado elevado para as temperaturas de filamento e substrato atingidas.

Estes primeiros ensaios revelaram que o controlo das temperaturas é fundamental para o processo do crescimento dos filmes de diamante. O aspeto queimado que recobria alguns locais na ferramenta teve como possível causa a baixa temperatura dos filamentos, que impossibilitou a formação de quantidades suficientes de hidrogénio atómico para promover a hibridação sp³ do diamante em detrimento das ligações sp² da grafite. Foi constatado também que a temperatura do substrato tende a subir ao longo do tempo de funcionamento do reator, o que indica uma baixa capacidade de escoamento de calor do mesmo e impossibilita a deposição de filmes de diamante

durante várias horas seguidas. Também nestas condições de obtenção de NCD, os filamentos de 0,3 mm de diâmetro irradiam demasiada potência calorífica o que faz com que o substrato atinja temperaturas demasiado elevadas para o crescimento de diamante.

De modo a encontrar as condições certas de deposição, a experiência foi repetida com o recurso a filamentos de tungsténio de 0,250 mm de diâmetro. O espaçamento entre filamentos e entre os filamentos e o substrato foi mantido e as condições de deposição estão representadas na Tabela V. Os parâmetros para o MCD são os mesmos, mas para o NCD o fluxo foi substancialmente diminuído para 400 ml/min, de modo a aumentar-se o tempo de residência (Tabela III).

O procedimento experimental para o filme MCD na amostra “Ferramenta 3” foi iniciado percorrendo os passos do procedimento anterior. A pressão de deposição foi de 20 mbar e a configuração de filamentos usada foi 4x2 filamentos de 0,250 mm de diâmetro. Para uma temperatura de filamento de 2220 °C o substrato marcava uma temperatura de 1050 °C, que continuava a aumentar ao longo do tempo, fora das condições ideais de revestimento (Tabela V), pelo que a deposição foi interrompida ao fim de 30 minutos. A ferramenta apresentava uma coloração escura/queimada idêntica à encontrada na amostra “Ferramenta 1”. Como se demonstra, as temperaturas de deposição saem fora da janela de deposição dos filmes de diamante, pois para as temperaturas atingidas durante os ensaios anteriores as ferramentas apresentam todas um aspeto queimado, recobertas com carbono amorfo e sem crescimento significativo de filme de diamante. De modo a promover a deposição e o crescimento dos filmes de diamante torna-se necessário controlar as temperaturas do processo, mantendo a temperatura dos filamentos superior a 2200 °C e reduzindo a temperatura do substrato para valores entre os 800 e 900 °C. Isto apenas foi possível recorrendo a alterações físicas no reator de modo a atingir-se simultaneamente os dois valores de temperatura segundo os parâmetros de deposição da Tabela V para as Ferramentas 2 e 3.

3.1.2 Alterações ao reator

Numa tentativa de fazer descer a temperatura do substrato foram idealizados vários tipos de “cargas térmicas” para colocar junto à área de deposição. A primeira opção correspondia a “postiços”, peças de metal duro sinterizado que uma vez colocadas junto dos filamentos poderiam atuar como condutores térmicos, para

promover o escoamento de calor junto da área de deposição, absorvendo parte da energia que aquece o substrato e também bloquear parte da radiação que o atinge. No entanto esta opção reduziria a área de deposição, inviabilizando um dos objetivos do presente projeto, que é a possibilidade de deposição em várias dezenas de ferramentas simultaneamente. Foram pensadas outras formas de fazer descer a temperatura do substrato, tais como tubos de alumina perfurados colocados a envolver as ferramentas, de modo a bloquear parte da radiação emitida pelos filamentos e chapas de metal ranhuradas colocadas entre os filamentos e o substrato, Figura 14.

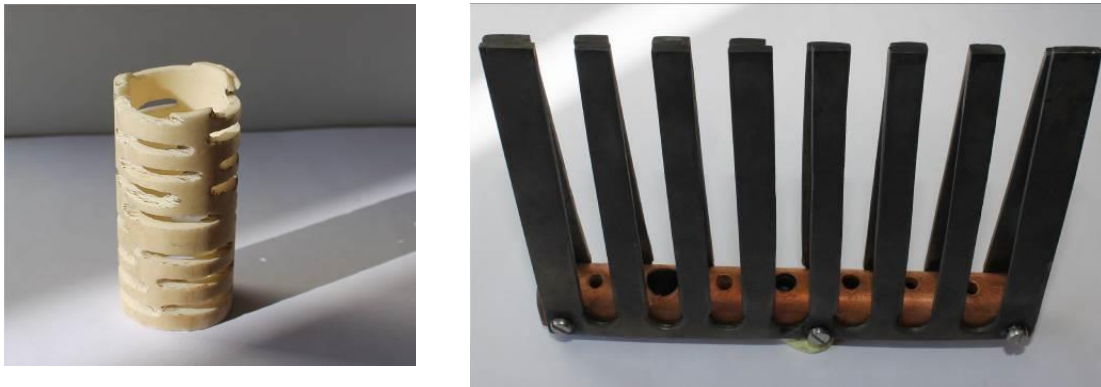


Figura 14 - Tubos de alumina perfurados e chapas ranhuradas

As chapas ranhuradas foram construídas a partir de uma chapa de molibdénio, com medidas de 100 mm de comprimento, 100 mm de altura e com ranhuras de 10 mm de largura a toda a altura das chapas. As chapas foram aparafusadas ao porta-substratos mantendo as ranhuras em frente às ferramentas a depositar, de modo a manter uma janela de abertura para os filamentos, Figura 15.



Figura 15 - Chapas de molibdênio ranhuradas aparafusadas ao porta-substratos

Foi iniciada uma deposição com as condições de MCD da Tabela V, com pressão de 20 mbar e a configuração dos filamentos foi a mesma usada na amostra “Ferramenta 3”, (4x2) 8 filamentos de 0,250 mm de diâmetro. Nestas condições, a temperatura dos filamentos manteve-se a 2275 ± 25 °C e a do substrato estabilizou a 815 °C, como ilustrado na Figura 16. O ensaio foi interrompido ao fim de uma hora para inspeção visual da “Ferramenta 4”.

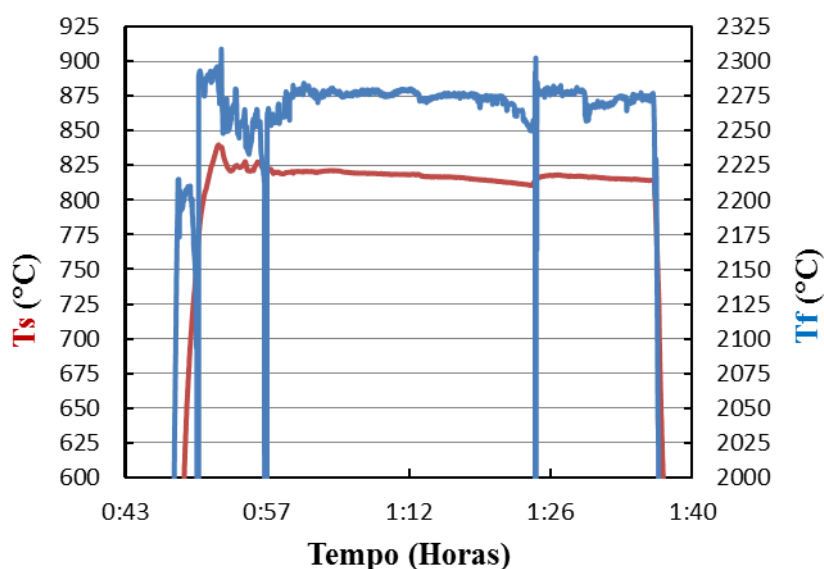


Figura 16 - Evolução das temperaturas do filamento e do substrato nas condições de deposição de MCD, com as chapas de metal, Ferramenta 4

A amostra “Ferramenta 4” apresentava um aspeto idêntico às amostras anteriores, com uma cor escura, aspeto queimado e falta de homogeneidade, com zonas sem qualquer tipo de deposição, Figura 17. Este aspeto indica que os gases percursores não chegam a toda a superfície da ferramenta nestas condições de deposição. Possivelmente as chapas de molibdénio bloquearam não só a radiação emitida pelos filamentos como também as espécies radicais gasosas que promovem o crescimento do diamante. Foi realizado outro ensaio nas mesmas condições, agora durante 3 horas e o resultado foi idêntico, pois a ferramenta apresenta falta de homogeneidade no revestimento e um aspeto escuro.



Figura 17 - Aspeto visual da "Ferramenta 4" revestida durante 1h, utilizando grelha de dissipação em molibdénio

No que respeita ao teste dos tubos perfurados de alumina a envolver as ferramentas, visto que os tubos de alumina iriam bloquear ainda mais as espécies gasosas devido às menores aberturas, o mesmo não foi sequer realizado.

Tendo em conta toda a experiência obtida nos ensaios anteriores procedeu-se a novas modificações, no porta-substratos e nos filamentos. De modo a reduzir a potência térmica irradiada pelos filamentos, foram aplicados filamentos com diâmetro de 0,125 mm. O porta-substratos foi alterado, uma vez que o mesmo possui grande influência na temperatura do substrato. Foi comprovado também que esta tende a subir ao longo do tempo de deposição, facto que pode ser explicado pela elevada massa térmica que o porta-substratos de cobre possui e pela sua fraca capacidade de escoamento de calor para as paredes do reator. O porta-substratos de cobre foi substituído por um cerâmico

de nitreto de silício, material com boa condutividade térmica mas baixa densidade [34]. Com esta substituição pretende-se rapidamente atingir a temperatura do substrato e que esta estabilize em valores mais baixos. O termopar foi isolado do reator através de tubos de alumina. Este isolamento pretende que o termopar não tenha contacto com qualquer parte do reator de modo a indicar a temperatura real na zona de deposição.

O espaçamento entre os tubos que direcionam os gases percursores para as amostras, também influencia as temperaturas, tanto dos filamentos como das amostras. Foi determinado experimentalmente um afastamento de 40 mm entre os tubos e os filamentos. Este afastamento é considerado ideal neste reator, permitindo que os gases sejam bem direcionados para o substrato mesmo nos fluxos mais baixos (usados na deposição NCD). Do mesmo modo não se comprometem os valores de T_f e T_s nem a integridade dos filamentos (de 0,125 mm) nos fluxos mais elevados (usados durante a deposição de MCD). Foi ainda determinado um espaçamento de 30 mm entre o porta substratos e os filamentos inferiores, que tem como objetivo criar uma separação entre o porta-substratos e os filamentos de modo a que a potência térmica irradiada pelos filamentos não o aqueça em demasia, Figura 18.

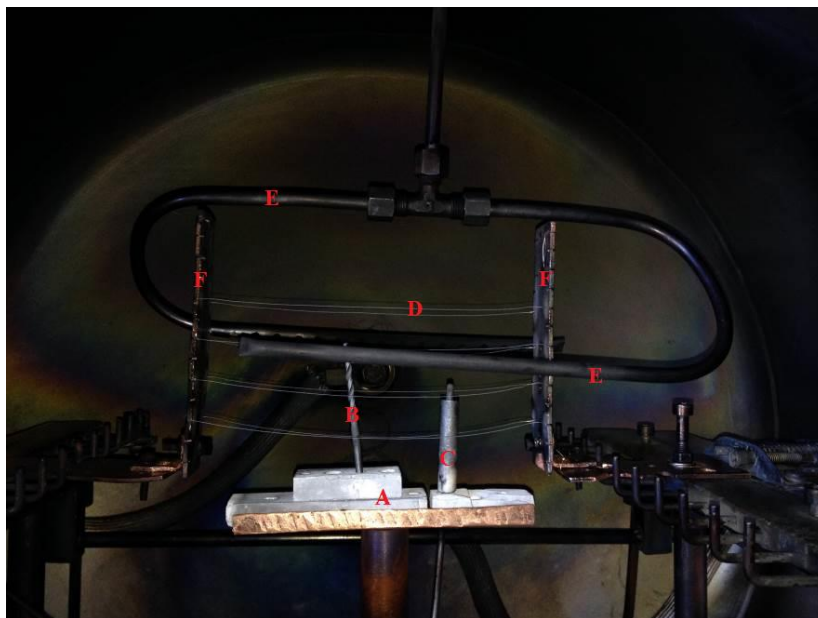


Figura 18 - Vista geral da zona de deposição após as alterações efetuadas

Porta substratos em nitreto de silício (A), Ferramenta (B), termopar isolado (C), filamentos (D), tubos perfurados de orientação de gás (E), chapas ranhuradas para o suporte dos filamentos (F).

3.1.3 Revestimentos de diamante microcristalino (MCD)

A nova configuração do reator HFCVD foi testada na deposição de diamante microcristalino MCD, amostra “Ferramenta 5”, Figura 19, usando as condições de deposição da Tabela V. A pressão foi diminuída para 15 mbar de modo a baixar ao máximo a temperatura do substrato e a subir a temperatura dos filamentos, pois a condutividade térmica do meio desce. Esta diminuição também se destina a promover uma melhoria na homogeneidade dos filmes, mesmo nas zonas mais intrincadas das ferramentas, como nas zonas interiores das lâminas e dos bicos de corte. O fluxo total de gases precursores para MCD foi elevado para 1465 ml/min, fluxo utilizado anteriormente neste grupo de investigação. Esta subida no fluxo total faz com que o tempo de residência desça dos anteriores 50 segundos para 31 segundos. A configuração dos filamentos usada foi de (4x2) 8 filamentos de 0,125 mm de diâmetro.

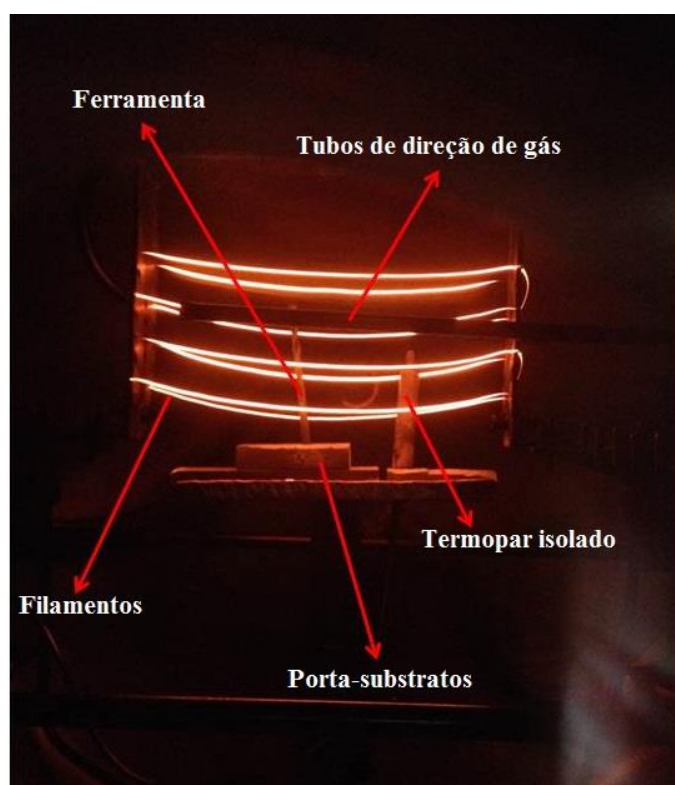


Figura 19 - Novo arranjo no interior do reator, em funcionamento, configuração de (4x2) 8 filamentos

Note-se a curvatura dos filamentos devido à não utilização do esticador incorporado no porta-filamentos. Como os filamentos de 0,125 mm de diâmetro têm menor resistência mecânica e partem com facilidade decidiu-se não utilizar o esticador. A deposição foi feita durante 6 horas e as temperaturas dos filamentos e substrato estão ilustradas na Figura 20.

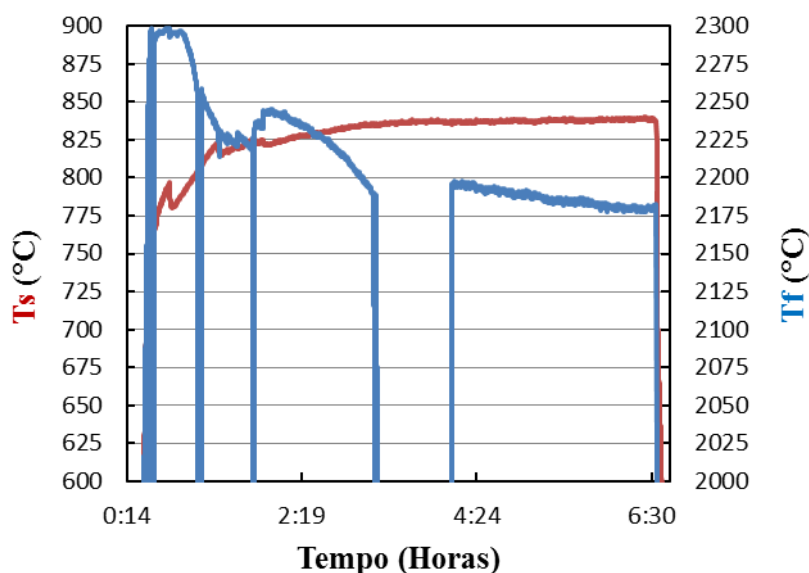


Figura 20 - Evolução das temperaturas do filamento e do substrato nas novas condições de deposição de MCD, Ferramenta 5

Foi possível manter nas primeiras 3 horas uma temperatura de filamento acima dos 2200 °C, enquanto que a temperatura do substrato estabilizou ao fim de 2,5 horas em 835 °C. A corrente elétrica nos filamentos foi de 3,6 A/filamento. De notar também que a temperatura dos filamentos foi sendo reduzida até 2175 °C de modo a manter a temperatura do substrato estável nos 835 °C. Este aspeto demonstra a pouca capacidade de escoamento de calor do reator, possivelmente devido à grande distancia que separa a zona da deposição das paredes arrefecidas do reator. A corrente elétrica nos filamentos fixou-se em 3,5 A/filamento. Ao fim de 6 horas de deposição foi iniciado o arrefecimento automático de 45 minutos e a ferramenta retirada, sendo sujeita a uma análise visual que revelou uma coloração acinzentada homogênea, ao longo de toda a ferramenta, característica de um recobrimento com diamante microcristalino, Figura 21.



Figura 21 - Aspeto da "Ferramenta 5" após revestimento com MCD nas novas condições do reator

Numa tentativa de explorar os limites das modificações introduzidas, fez-se uma nova deposição de MCD, "Ferramenta 6". Os parâmetros de deposição foram mantidos, exceto temperatura dos filamentos que aumentou para valores entre 2275 °C e 2310 °C e portanto também se subir a temperatura do substrato. Ao fim de duas horas a temperatura do substrato estabilizou em 860 °C, subindo ligeiramente até ao final da deposição, para $T_f = 2250$ °C, Figura 22. A corrente elétrica nos filamentos fixou-se em 3,8 A/fil.

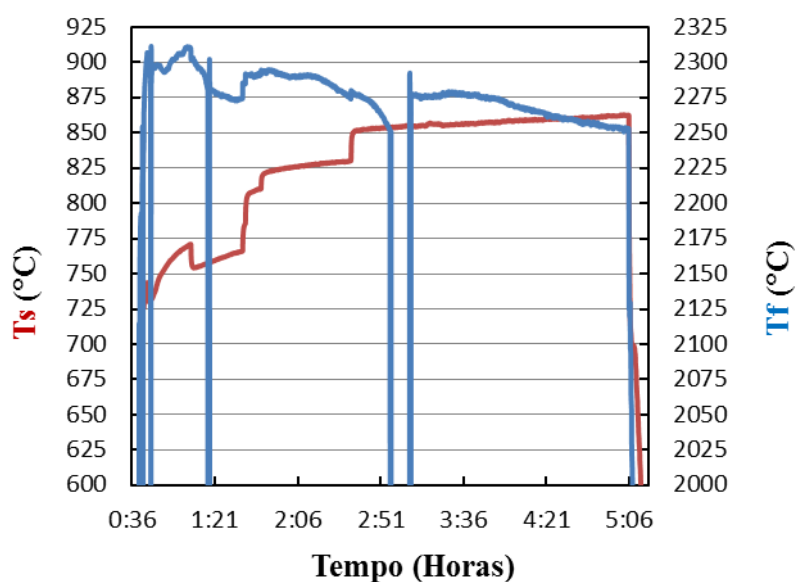


Figura 22 - Evolução das temperaturas do filamento e do substrato nas novas condições de deposição de MCD, para a "Ferramenta 6"

Após 4,5 horas de deposição e 45 minutos de arrefecimento a ferramenta foi retirada, foi inspecionada visualmente, apresentando uma coloração cinzenta homogénea semelhante à Ferramenta 5 e sem sinais de delaminação. Estas duas ferramentas foram analisadas por SEM nas zonas próximas do bico de corte, no topo da ferramenta, Figura 23. Confirma-se que o diamante é microcristalino (MCD), reveste completamente a aresta de corte (micrografias A) e observando-se cristalites de diamante entre 1 a 4 μm (micrografias C). Nas micrografias B, vista em secção das brocas fraturadas, observa-se um crescimento colunar do diamante e espessura de 4,8 μm e 6 μm para as Ferramentas 5 e 6, respetivamente. As taxas de crescimento correspondentes são de 0,8 $\mu\text{m}/\text{hora}$ e 1,3 $\mu\text{m}/\text{hora}$ respetivamente. A maior taxa de crescimento na Ferramenta 6 está relacionada com os maiores valores de T_f e T_s usadas durante a deposição, pois os restantes parâmetros são idênticos.

Os espetros de μ -Raman das Ferramentas 5 e 6 estão apresentados na Figura 24. As zonas analisadas nas ferramentas foram as faces de ataque no início da hélice. Como era esperado para um filme de diamante MCD, os picos de intensidade máxima de diamante, presentes a 1336,59 cm^{-1} na ferramenta 5 e a 1339,22 cm^{-1} na Ferramenta 6, são de grande intensidade, revelando boa qualidade de diamante. A contribuição do transpoliacetileno (TPA) a cerca de 1150 cm^{-1} é mais notória na Ferramenta 5, possivelmente devido à menor temperatura de substrato usada durante a deposição. Também as bandas D e G situadas sensivelmente a 1390 cm^{-1} e 1450 cm^{-1} respetivamente, são mais evidentes nesta ferramenta, indicando a presença de algum carbono com hibridação sp^2 , característico de fases grafiticas. Através dos picos de intensidade máxima de diamante é possível determinar as tensões residuais (σ_{res}) a que os filmes estão sujeitos. Recorrendo à equação 6, que usa o desvio ($\Delta\nu$) a que os picos de intensidade máxima do diamante se encontram do pico de intensidade máxima do diamante livre de tensões (1332 cm^{-1}) [37]:

$$\sigma_{\text{res}} = -0,567 \cdot \Delta\nu \quad [\text{GPa}] \quad (\text{eq. 6})$$

Aplicando a equação anterior foram obtidas as tensões residuais para as Ferramentas 5 e 6 de -2,60 GPa e -4,1 GPa respetivamente. As tensões são do tipo compressivas e exprimem as diferenças dos coeficientes de expansão térmica do substrato, WC ($\alpha = 5 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$) e do filme de diamante ($\alpha = 2,8 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$). Estas

tensões são criadas durante o arrefecimento até à temperatura ambiente, constatando-se que o revestimento de diamante da Ferramenta 6 possui tensões residuais mais elevadas devido à temperatura mais alta (860 ° C) usada durante a deposição. Estes resultados permitiram definir que as restantes deposições de MCD se utilizaria 850 °C como valor máximo de temperatura de substrato.

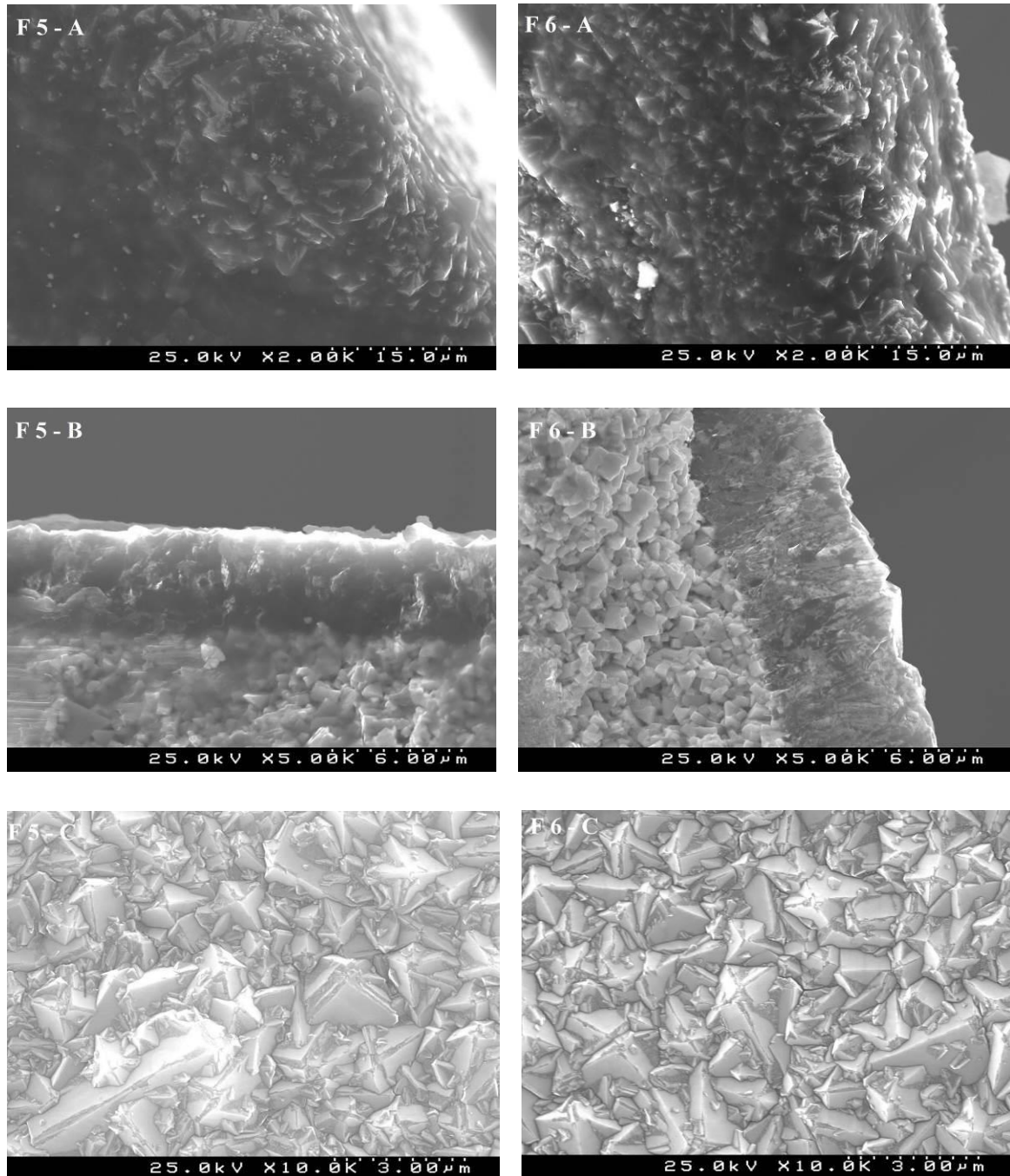


Figura 23 - Micrografias SEM das Ferramentas 5 e 6, F5 e F6 respetivamente.
A – Bico de corte; B – espessura na aresta de corte; C – filme de diamante na hélice.

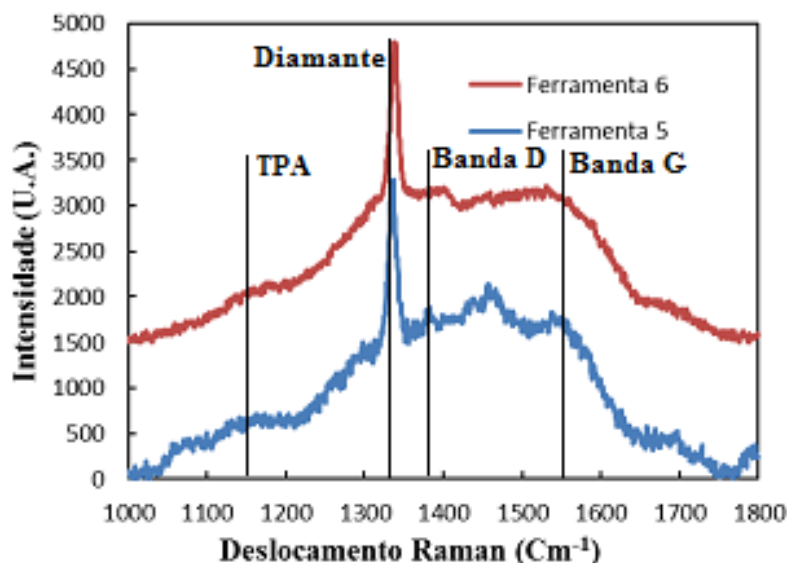


Figura 24 - Espectros μ -Raman das Ferramentas 5 e 6, revestidas com MCD

3.1.4 Revestimentos de diamante nanocristalino (NCD)

Após terem sido encontradas as condições otimizadas para o crescimento de filmes MCD, foi feita uma deposição de NCD na “Ferramenta 7”, com as condições apresentadas na Tabela V. O diâmetro dos filamentos (0,125 mm) e a configuração dos mesmos foi mantida (4x2 filamentos). O tempo de deposição foi de 6 horas. A deposição foi iniciada a uma pressão de 100 mbar, para $T_f = 2225 \pm 30$ °C mas muito instável com T_s a oscilar entre os 830 °C e 870 °C, com tendência para subir como se mostra na Figura 25. Foi necessário diminuir a temperatura dos filamentos para 2200 °C de modo a tentar estabilizar a temperatura do substrato, o que se revelou pouco eficaz. Foi possível perceber que a temperatura do substrato estava demasiado elevada, pois através da janela de observação existente na parte frontal do reator, notava-se o início de uma coloração demasiado escura na ferramenta, principalmente perto do topo. De modo a descer a temperatura do substrato e tentar evitar a deposição de grafite a pressão foi diminuída até 50 mbar e a temperatura do substrato manteve-se estável em 860 °C. Nestas condições a corrente nos filamentos é de 3,25 A/fil.

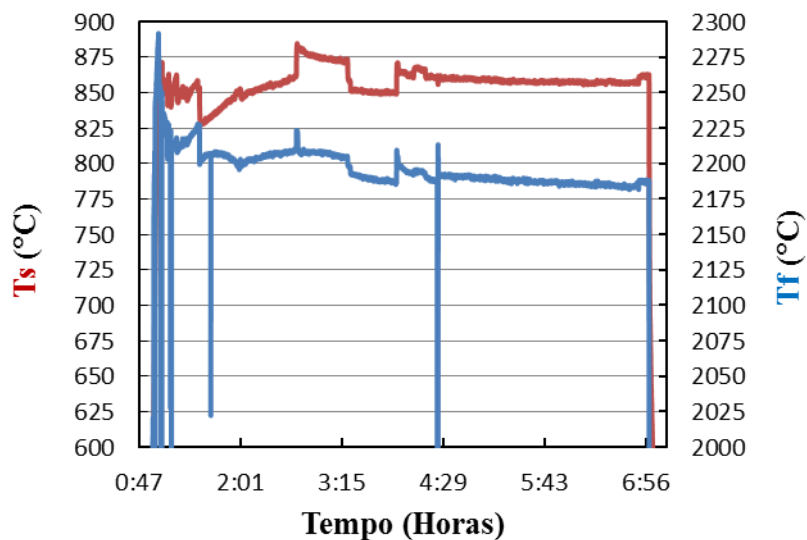


Figura 25 - Evolução das temperaturas do filamento e do substrato nas novas condições de deposição de NCD, para a "Ferramenta 7"

Após a deposição efetuou-se uma inspeção visual, verificando-se que a ferramenta apresenta o topo “queimado”, com delaminação do filme de diamante, Figura 25, notando-se os efeitos do excesso de temperatura no substrato. No entanto a parte inferior da ferramenta, a haste, apresenta uma coloração brilhante, típica de um filme de NCD, Figura 26.



Figura 26 - Aspeto visual da "Ferramenta 7" após revestimento com NCD

Foi realizada uma nova deposição numa amostra "Ferramenta 8" com as mesmas condições da anterior mas baixando a pressão para 15 mbar. Esta diminuição teve como

objetivo baixar a temperatura do substrato e igualar a pressão usada para o crescimento de MCD, de modo a facilitar a transição do tipo de diamante durante as deposições em multicamada. O tempo de residência foi diminuído dos 374 s da Ferramenta 7 para 112 s. As temperaturas do processo estão ilustradas na Figura 27.

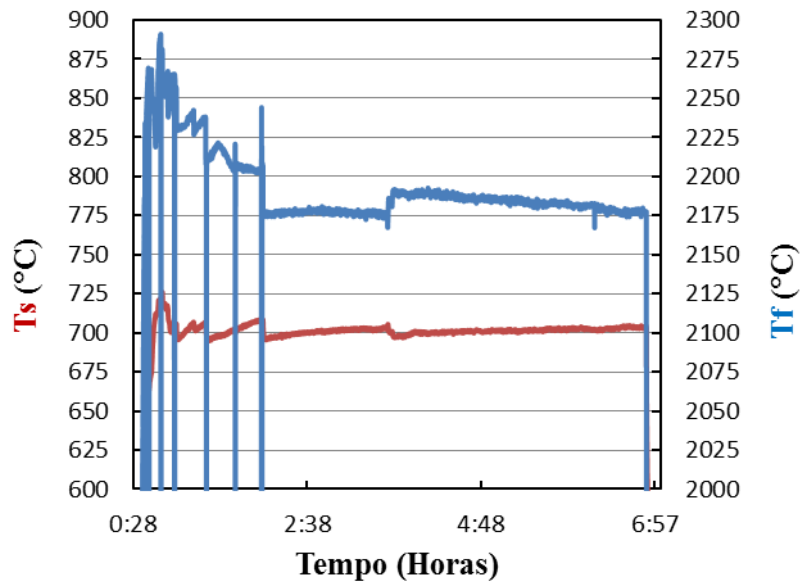


Figura 27 - Evolução das temperaturas do filamento e do substrato nas novas condições de deposição de NCD, para a "Ferramenta 8"

A temperatura dos filamentos foi estabilizada em 2175 °C ao fim de 1,5 h e a do substrato a 700 °C, para uma corrente nos filamentos de 3,1 A/fil. A deposição foi terminada ao fim de 6 horas e após 45 minutos de arrefecimento a ferramenta foi analisada visualmente, apresentando uma cor homogênea brilhante, característica de um filme de NCD, Figura 28.



Figura 28 - Amostra "Ferramenta 8", revestimento de NCD

As duas ferramentas (7 e 8) foram analisadas por SEM, estando as micrografias apresentadas na Figura 29. Os locais escolhidos para as análises foram as zonas próximas do bico de corte, no topo da ferramenta, tal como para o MCD. Nas micrografias A pode observar-se que o tamanho das cristalites de diamante é de dimensão nanométrica. Nas micrografias B observa-se que a espessura dos filmes é de $3,6\text{ }\mu\text{m}$ e $2,6\text{ }\mu\text{m}$ para taxas de crescimento de $0,6\text{ }\mu\text{m/hora}$ e $0,43\text{ }\mu\text{m/hora}$, respetivamente para a Ferramenta 7 e para a Ferramenta 8. Tal como para o MCD, temperaturas de filamento e de substrato mais elevadas resultam, aparentemente, em taxas de crescimento mais rápidas. No entanto, o tempo de residência também contribui na alteração das taxas de crescimento, pois com o seu aumento as taxas de crescimento também tendem a aumentar [34]. O tempo de residência na Ferramenta 7 foi de 374 segundos e na Ferramenta 8 de 112 segundos, o que permitiu observar que apesar da grande diferença nas temperaturas de deposição as taxas de crescimento não são muito díspares, o que permite concluir que a temperatura de substrato não terá tanta influência nas taxas de crescimento como no caso dos filmes de MCD.

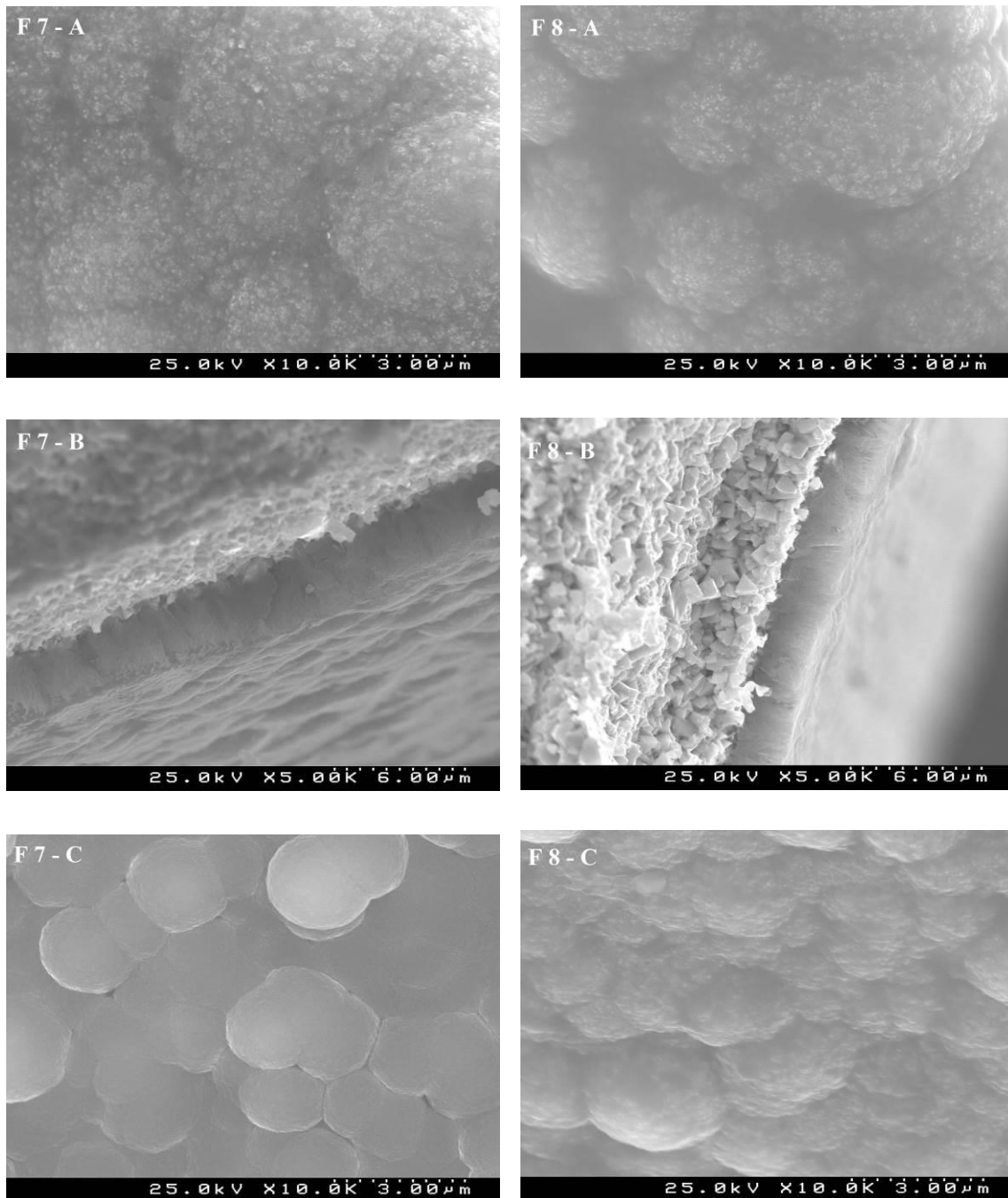


Figura 29 - Micrografias SEM das Ferramentas 7 e 8, F7 e F8 respetivamente
A – Bico de corte; B – espessura na aresta de corte; C – filme de diamante na hélice.

Os espectros μ -Raman das Ferramentas 7 e 8 estão apresentados na Figura 30 e confirmam a análise microestrutural por SEM. As zonas analisadas foram as partes interiores da ponta, na face de ataque localizada no topo das ferramentas. No caso da Ferramenta 7 como apresentava a ponta queimada, também foi analisada a zona da hélice, a meio do comprimento L2 (ver Figura 7). A Ferramenta 8 apresenta o pico de

diamante a $1337,47\text{ cm}^{-1}$ mas com menor intensidade que a ferramenta 7. A ferramenta 7 apresenta o pico de diamante bem marcado a $1337,9\text{ cm}^{-1}$, notando-se assim o efeito da temperatura mais alta do substrato usada nesta ferramenta, que poderá ter contribuído para originar tamanho de grão mais elevado e maior intensidade no pico do diamante no espectro μ -Raman. A ferramenta 7 apresenta também menor contribuição de transpoliacetileno (TPA), banda centrada a 1136 cm^{-1} do que a ferramenta 8, com a banda de TPA centrada a 1135 cm^{-1} . Os espectros de μ -Raman apresentados para a ferramenta 7 e 8 mostram ainda a banda D a cerca de 1370 cm^{-1} e 1360 cm^{-1} e a banda G a 1500 cm^{-1} e 1545 cm^{-1} , respetivamente. Estas bandas são características da fase grafite.

As tensões residuais (compressivas) para os filmes de diamante das ferramentas 7 e 8 são $-3,35\text{ GPa}$ e $-3,10\text{ GPa}$, respetivamente. Pode concluir-se desta análise que ambos os espectros são característicos de filmes de NCD, embora a ferramenta 8 apresente as melhores características para um filme NCD, pois não apresenta zonas de delaminação nem tem zonas de baixa qualidade de revestimento, tendo sido por estes motivos escolhidas as condições de deposição da ferramenta 8 para a produção dos filmes de NCD nos revestimentos multicamada. A mesma figura apresenta também um espectro para a zona da ponta na ferramenta 7, onde se pode constatar a ausência das características dos espectros anteriores, devido à elevada temperatura sentida nessa zona.

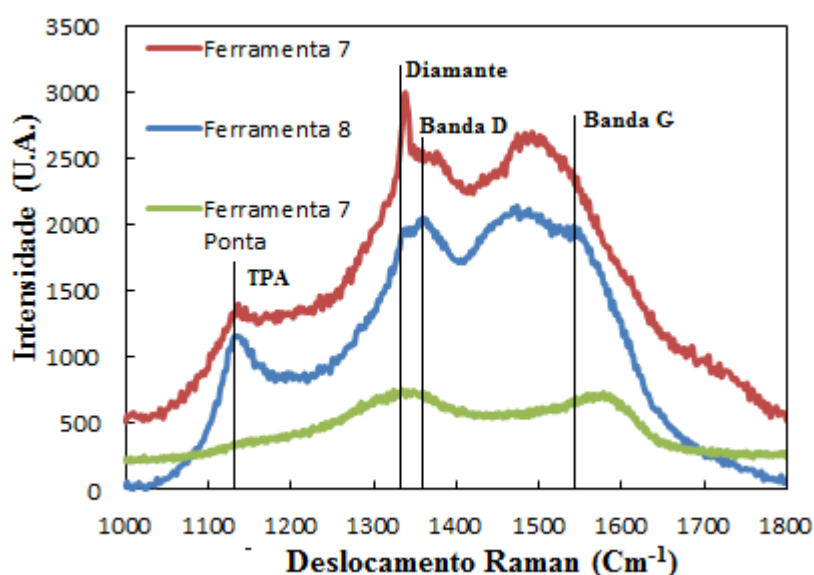


Figura 30 - Espectros μ -Raman das Ferramentas 7 e 8, revestidas com NCD

3.2 Revestimentos multicamada

Após terem sido obtidas as condições otimizadas para a produção de filmes de MCD e NCD, bem como a configuração ideal no interior do reator para a criação destes filmes, iniciaram-se os testes de deposição de revestimentos de diamante MCD/NCD em multicamada. O primeiro teste consistiu em seis camadas alternadas de MCD e NCD numa amostra “Ferramenta 9”, com uma hora de deposição por camada. As condições de deposição estão apresentadas na Tabela VI.

Tabela VI – Condições de deposição finais, otimizadas para revestimentos MCD e NCD em multicamada

Tipo de Revestimento	Pressão (mbar)	Fluxo (ml/min)	% H₂	%CH₄	%Ar	T_f (°C)	T_s (°C)
MCD	15	1465	98,5	1,5	0	>2200	820-850
NCD	15	400	87,6	3,6	8,8	>2175	700±10

A deposição inicia-se por um filme de MCD, para promover a adesão ao substrato e os passos iniciais foram os mesmos das deposições anteriores. Inicialmente os filamentos foram colocados entre 2275 °C e 2310 °C e a temperatura do substrato varia entre 820 °C e 850 °C. Ao fim de uma hora as condições foram mudadas para o crescimento do filme NCD, sendo o fluxo de árgon ligado após 10 minutos, quando a temperatura do substrato se encontra abaixo de 750 °C. A temperatura dos filamentos variou entre 2225° C e 2260 °C, de modo a manter a temperatura do substrato em 700 ± 10 °C, como se indica na Figura 31.

Os procedimentos foram repetidos para as restantes quatro camadas de diamante, durante as quais as temperaturas se mantiveram mais estáveis. A temperatura dos filamentos foi descida ao longo da deposição, sendo que na última camada, no revestimento NCD, a temperatura dos filamentos foi de 2190°C. Esta descida na temperatura dos filamentos surge da necessidade de manter a temperatura do substrato na gama dos valores da deposição, uma vez que a pouca capacidade de escoamento de calor do reator faz aumentar a temperatura do substrato ao longo do tempo de funcionamento. O ensaio foi terminado ao fim de 6 horas e após o arrefecimento automático de 45 minutos a amostra foi retirada e analisada visualmente, apresentando uma coloração muito brilhante e homogênea por toda a ferramenta, Figura 32. A

corrente nos filamentos foi de 3,7 A/fil para o filme MCD e 3,1 A/fil para o filme NCD.

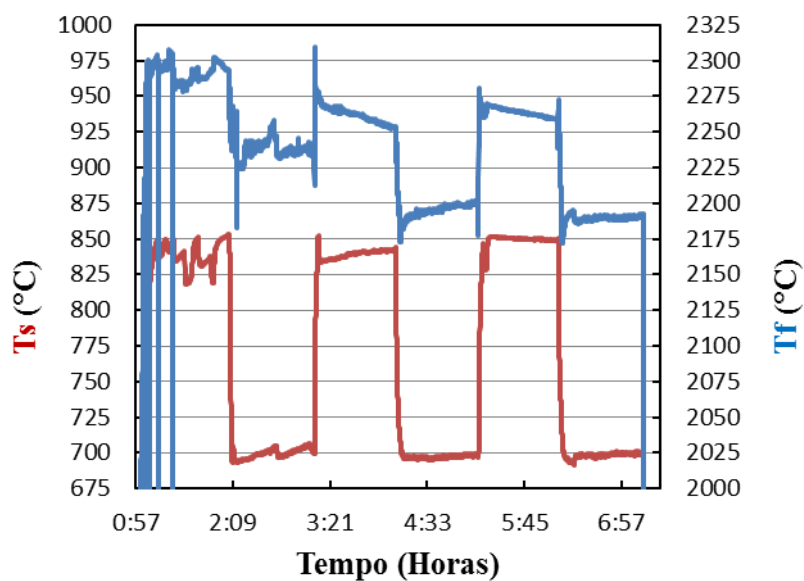


Figura 31 - Evolução das temperaturas do filamento e do substrato na deposição de seis camadas alternadas MCD/NCD, "Ferramenta 9"



Figura 32 - Aspecto visual da "Ferramenta 9" após revestimento multicamada MCD/NCD.

A ferramenta foi analisada por SEM, estando as micrografias apresentadas na Figura 33. Os locais escolhidos para as análises foram a zona próxima do bico de corte, no topo da ferramenta. Pode observar-se nas micrografias A1 e A2 que a última camada

de NCD não recobriu por completo a camada de MCD anterior. Na micrografia C pode constatar-se que existem cristalites de diamante, com tamanhos compreendidos entre 0,3 e 0,9 μm , envolvidas por uma matriz de NCD. Na micrografia B verifica-se que o revestimento é multicamada, com cerca de 4,2 μm de espessura total. Este valor está de acordo com as taxas previsíveis de crescimento, pois no caso das camadas MCD a temperatura esteve quase sempre abaixo dos 860°C, pelo que a taxa de crescimento será inferior a 1,3 $\mu\text{m/h}$, como medido para a Ferramenta 6. Utilizando o valor de 0,4 $\mu\text{m/h}$ para NCD (Ferramenta 8) e a espessura medida (4,2 μm) resulta uma taxa de crescimento média de aproximadamente 1 $\mu\text{m/h}$ para as camadas de MCD. As camadas mais escuras e mais finas na micrografia B são de NCD e as camadas mais claras, as de MCD.

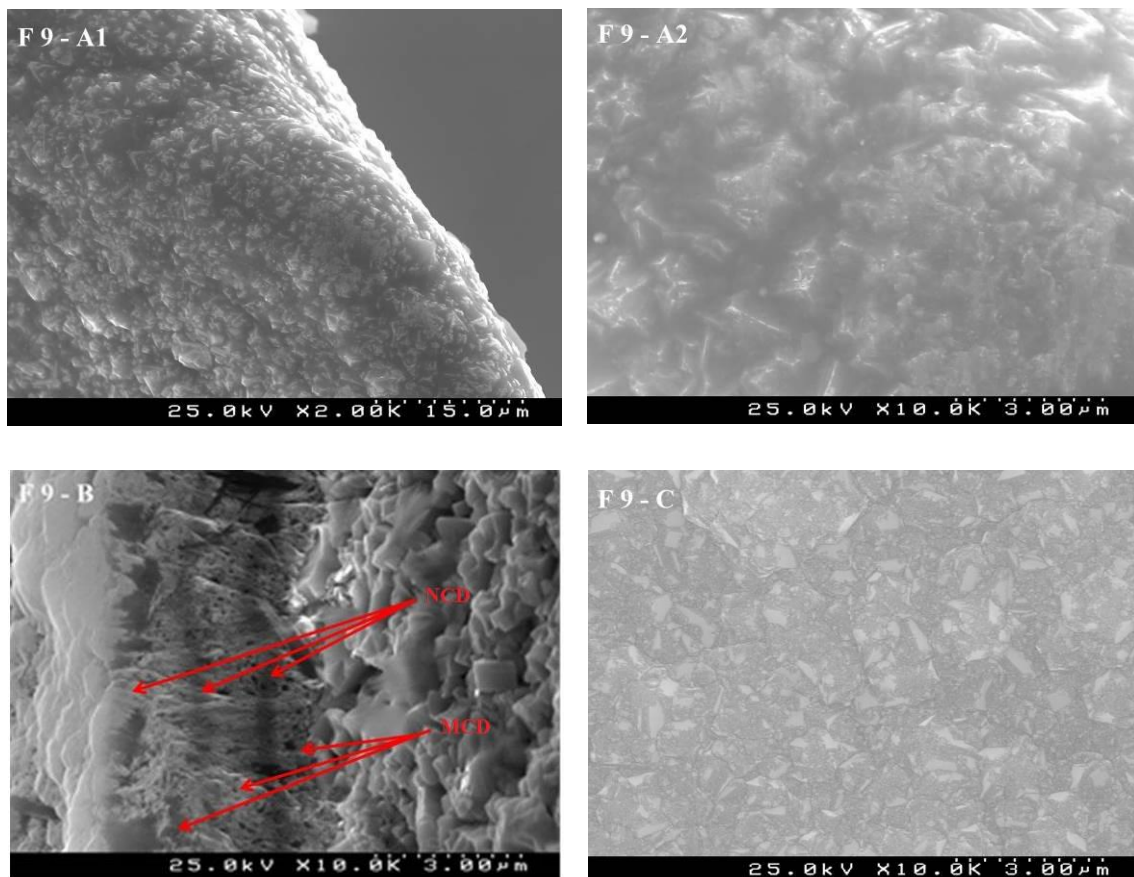


Figura 33 - Micrografias SEM da Ferramenta 9, F9

A1 e A2 – Bico de corte, em diferentes ampliações; B – espessura na aresta de corte; C – filme de diamante na hélice.

Os espectros μ -Raman da ferramenta 9 estão apresentados na Figura 34. As zonas analisadas na ferramenta foram a parte interior da ponta, no início da face de ataque localizada no topo da ferramenta e a haste, situada a meio do comprimento L2 (ver Figura 7), não existindo diferenças de relevo entre as duas zonas analisadas. Através da posição dos picos de diamante presentes, a $1337,5 \text{ cm}^{-1}$ na ponta e a $1336,6 \text{ cm}^{-1}$ na haste, obtém-se para as tensões residuais $-3,10 \text{ GPa}$ e $-2,60 \text{ GPa}$, respetivamente. Esta diferença no valor em absoluto das tensões residuais poderá indicar que a zona superior da ferramenta poderá ter tido uma temperatura ligeiramente mais elevada que a haste. Estes espectros μ -Raman são característicos de filmes de NCD [3, 15], que estão presentes na última camada do revestimento, mas também algumas características de MCD, nomeadamente o pico de diamante. Apresentam a banda de TPA a cerca de 1150 cm^{-1} e as bandas D e G a 1370 cm^{-1} e a 1540 cm^{-1} , respetivamente. Os picos de intensidade máxima de diamante presentes no espectro apresentam grande intensidade, devido à última camada de MCD presente no revestimento não ter sido totalmente recoberta pela última camada de NCD.

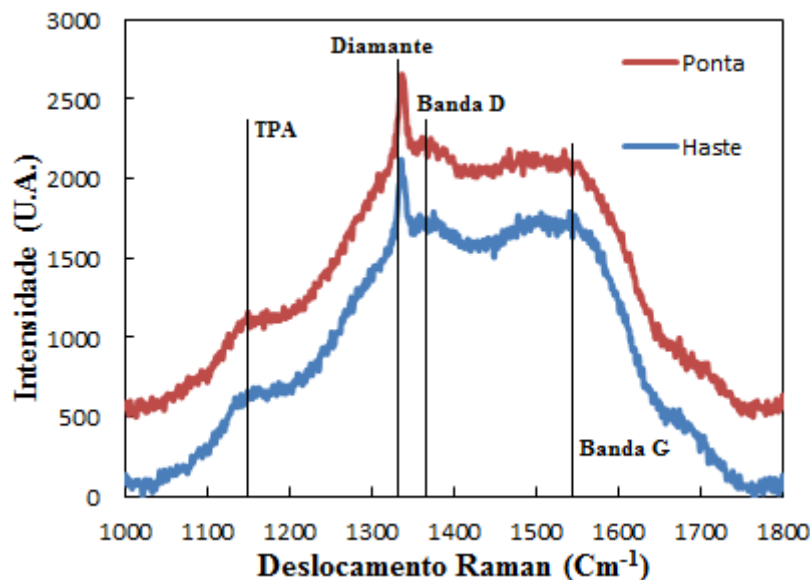


Figura 34 - Espectros μ -Raman da Ferramenta 9, revestida com multicamada

3.2.1 Revestimento multicamada de várias ferramentas simultaneamente

Após ter sido depositado este filme em multicamada MCD/NCD com sucesso, foi preparada uma deposição multicamada em 7 ferramentas simultaneamente, com as

mesmas condições da Ferramenta 9. O arranjo no interior do reator foi o mesmo e o número de ferramentas (7) é o máximo possível com as atuais condições disponibilizadas pelo porta substratos e pelo espaçamento entre as chapas de cobre que suportam os filamentos. Após deposição as ferramentas foram retiradas do reator e analisadas visualmente, Figura 35. Todas as ferramentas apresentam uma cor cinzenta brilhante e homogênea, idêntica à da ferramenta 9, tendo por isso sido considerada uma deposição foi bem-sucedida. Um segundo lote de 7 ferramentas foi revestido nas mesmas condições, com os mesmos resultados visuais.



Figura 35 - Revestimentos multicamada feitos simultaneamente em 7 brocas

O reator HFCVD tem capacidade para produzir revestimentos multicamada em várias ferramentas simultaneamente, utilizando os parâmetros adequados. As alterações feitas ao reator e aos parâmetros não permitem no entanto revestir mais do que 7 ferramentas em simultâneo (até 5 mm de diâmetro). Um dos objetivos do presente trabalho consiste em aumentar o número de ferramentas a ser revestidas em simultâneo, para o que se torna necessário desenvolver um novo mecanismo de suporte de filamentos e um novo porta-substratos. Este novo mecanismo deverá aproveitar ao máximo as condições desenvolvidas para colocar até 70 ferramentas em simultâneo. Os desenhos destas novas peças e fotografias dos componentes já executados encontram-se no Anexo deste trabalho.

3.2.2 Ensaios de furação

Uma das ferramentas revestidas com 6 camadas alternadas de MCD/NCD nas condições da secção 3.2.1 foi usada nos ensaios de furação executados na ESTGA. Esta broca revestida, Broca **A** com 3,6 mm de diâmetro, foi testada e comparada com uma broca de metal duro não revestida, Broca **B**, com diâmetro idêntico. Os testes de furação foram iniciados com a broca **A** com os parâmetros de maquinação e respetiva sequência presentes na Tabela IV, secção 2.6.2. Em cada ensaio foram feitos 6 furos com uma profundidade de 10 mm, numa única etapa e sem lubrificação. As forças de corte segundo três eixos foram adquiridas durante a furação através da célula dinamométrica acoplada ao centro de maquinação numérico.

A Figura 38 mostra as forças obtidas em cada furo para o ensaio número 6, que corresponde ao ensaio com maior avanço (0.15mm/rotação).

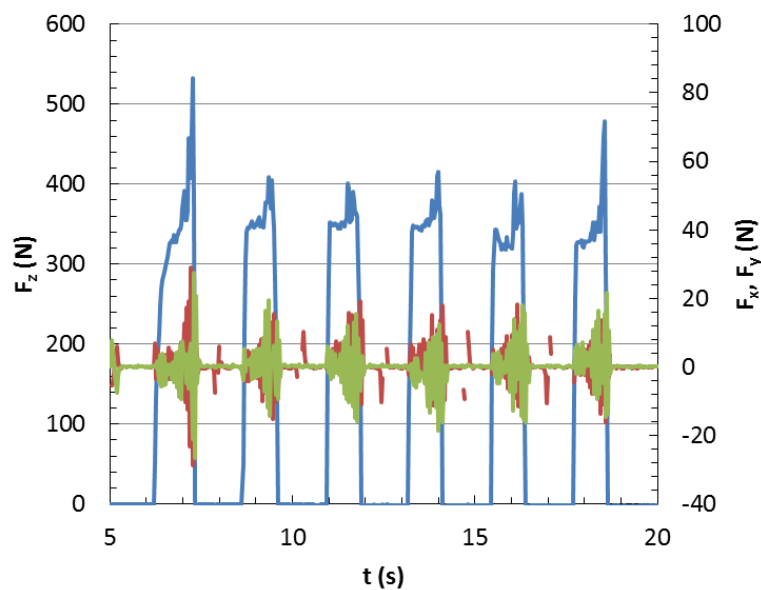


Figura 36 - Forças sentidas pela peça na furação consecutiva de 6 furos com a ferramenta A nas condições do ensaio número 6: com velocidade de corte máxima de 50 m/min e avanço de 0,149 mm/rotação.

Neste gráfico da Figura 36 observa-se que no início de cada furo a força axial de corte devido à penetração (F_z) é cerca de 300-350N, aumentando na fase final do furo. Os picos da força nesta fase devem-se à obstrução causada pela aparas, o que se confirma pelo aumento das forças horizontais, ou seja do torque da ferramenta. Estas forças, F_x e

F_Y , são sempre muito menores do que F_Z . O mesmo tipo de gráficos foi executado para a ferramenta **B** não revestida, tendo sido obtido o gráfico da Figura 37 nas mesmas condições da Figura 36 (broca revestida). Apenas foram feitos 5 furos porque a broca partiu no final do quinto furo, embora os esforços tenham aumentado substancialmente já no final do terceiro furo.

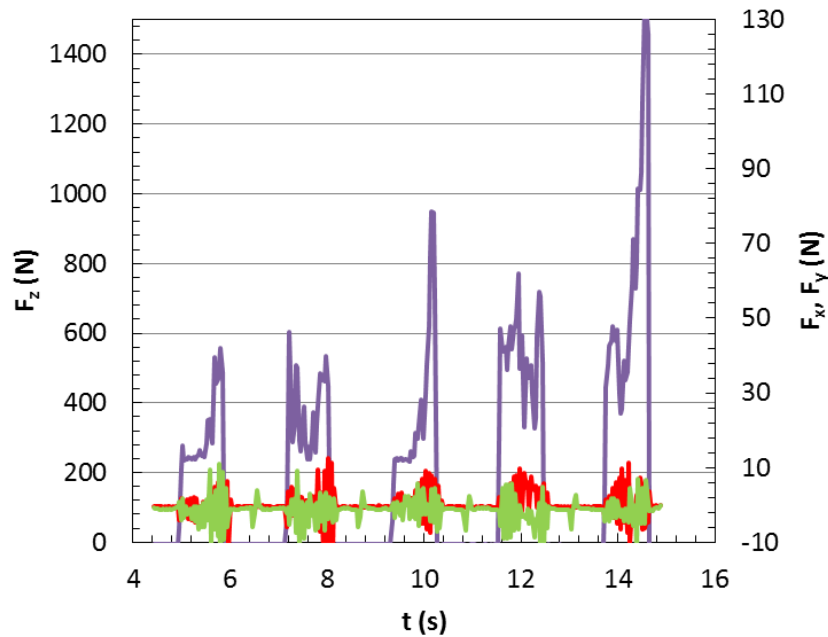


Figura 37 - Evolução de F_Z , F_X e F_Y para furação com a ferramenta B, não revestida, durante o ensaio número 6, com velocidade de corte de 50 m/min e avanço de 0,149 mm/rotação

Apesar da rutura da broca, o comportamento das forças é semelhante ao acima descrito para a broca revestida, e é válido em todas as restantes condições de corte. Foram por isso construídos gráficos semelhantes para todos os ensaios e obteve-se o valor médio e o desvio padrão de F_Z na fase inicial de cada furo, para evitar a instabilidade provocada pela avara. No final foi calculada a média e o desvio padrão dos 6 furos. Este procedimento foi repetido para os 9 ensaios feitos com a broca A e para os cinco ensaios completos com a broca B, não revestida. Com estes dados construíram-se gráficos de força axial (F_Z) em função do avanço (f), Figura 40 e de força axial (F_Z) em função da velocidade de corte (V_c), Figura 41. Neste último apenas foi possível obter um resultado para a ferramenta não revestida, pois esta partiu ao quinto ensaio, inviabilizando este estudo.

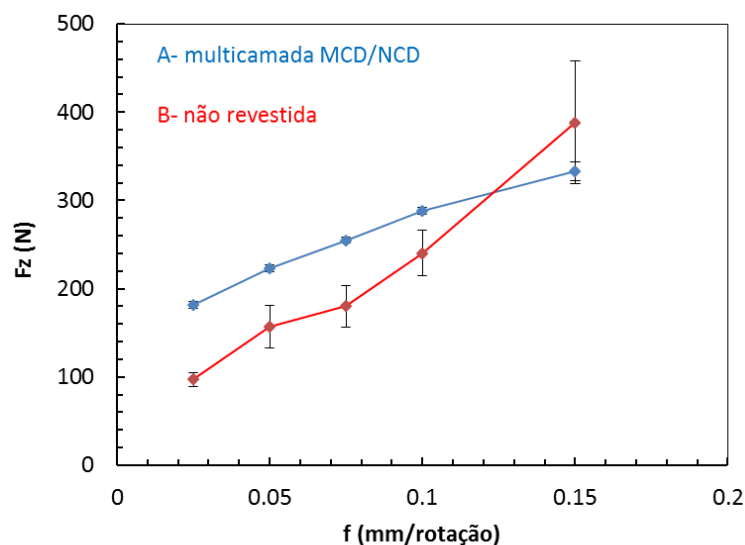


Figura 38- Força axial (F_z) em função do avanço, para uma velocidade de corte constante de 50 m/min, na furação com broca revestida (A) e não revestida (B).

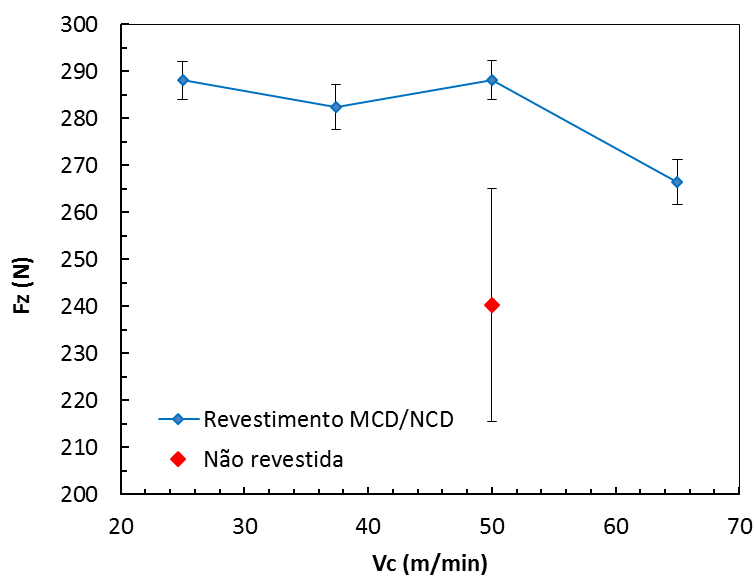


Figura 39- Força axial (F_z) em função da velocidade de corte, para um avanço constante de 0,1 mm/rotação, para furação com a broca multicamada MCD/NCD e com a broca não revestida.

Os gráficos da Figura 38 mostram que a força axial aumenta com o avanço para uma velocidade constante para as duas brocas. No entanto, a comparação das curvas na Figura 38 mostra que há grandes diferenças entre uma broca revestida com diamante CVD em multicamada e uma broca não revestida. Para valores de avanço até 0,125 mm/rotação a ferramenta não revestida apresenta menores forças axiais. Esta diferença é

explicável pelo aumento do raio da aresta de corte na ferramenta revestida, provocado pela espessura do filme de diamante. Também a presença de diamante microcristalino na última camada do revestimento pode contribuir para aumentar a rugosidade superficial da ferramenta e provocar o aumento das forças de corte. De notar que o desvio padrão é muito superior na ferramenta não revestida, tomando valores entre 7 e 69 N, ao passo que a ferramenta revestida apresenta valores de desvio padrão entre 3 e 10 N. Este facto indica que a ferramenta revestida tem um comportamento mais constante, oferecendo mais segurança durante a maquinação. Para valores de avanço superiores a 0,1 mm/rotação as forças de corte passam a ser superiores na ferramenta não revestida e em particular a força axial F_z . Esta apresenta um valor de 388 N contra 333 N na ferramenta revestida, para um avanço de 0,149 mm/rotação. Em furos sucessivos nestas condições a broca B não revestida eventualmente falha devido a um aumento excessivo dos esforços de corte que provocam a sua rutura. Por este motivo não foi possível recuperar a broca não revestida para análise.

O efeito da velocidade de corte é menos monotónico, mas acima de 50 m/s há uma diminuição significativa da força axial de corte na furação com a broca A, revestida, como se pode ver na Figura 39. Isto indica que as velocidades de corte ideais deveriam ser superiores às testadas neste trabalho e que estão limitadas à velocidade angular máxima do centro CNC (6000 RPM).

No final dos ensaios a ferramenta A foi analisada visualmente, sendo visível uma camada de alumínio que aderiu à ferramenta, Figura 40A. Essa camada de alumínio foi retirada com ataque químico com uma solução de 30 % vol. de NaOH durante 5 minutos [32], mostrando na Figura 40B a ferramenta já limpa, sendo possível verificar que na aresta principal de corte houve delaminação do filme de diamante. A ferramenta foi observada por SEM, confirmando-se que existiu delaminação na aresta principal e no bico de corte, Figura 41, com fratura deste. Como se mostra na Figura 42 a profundidade dos pré tratamentos é de 17 μm , nas condições experimentais referidas acima o que corresponde a uma taxa de ataque químico de 1,1 μm por minuto, assumindo uma velocidade constante. Para as brocas usadas, com ângulo de aresta de 30° (Figura 7) o ataque total máximo, assumindo que é igual na face de ataque e na face de saída, corresponderá a 34 μm . Isto significa que a aresta de corte, com ângulo de 30°, está fragilizada pela ausência de cobalto desde a aresta de corte até uma distância na lâmina que atinge cerca de 65 μm .

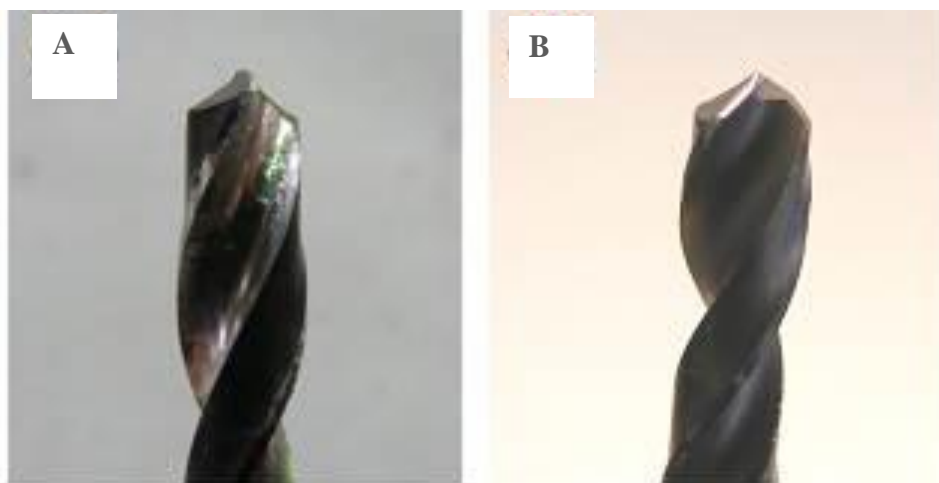


Figura 40 - Ferramenta antes (A) e depois da limpeza (B) com NaOH

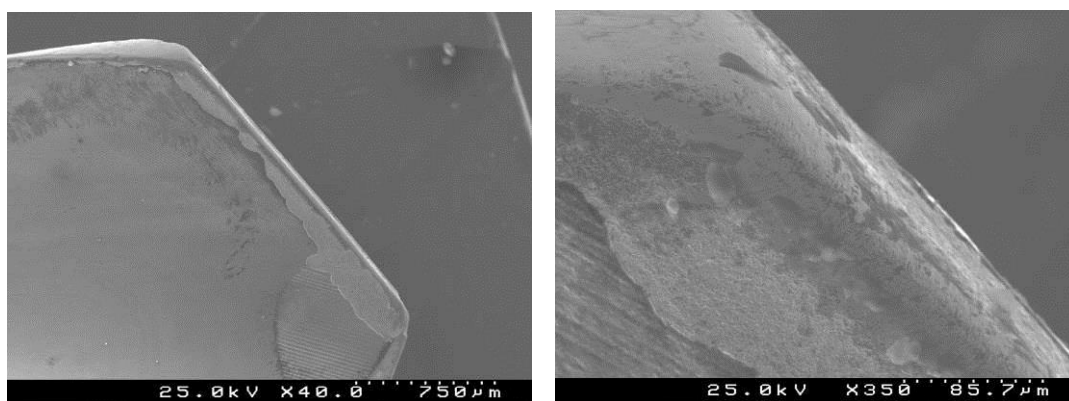


Figura 41 - Delaminação do filme de diamante na aresta principal de corte e no bico de corte, em diferentes ampliações.

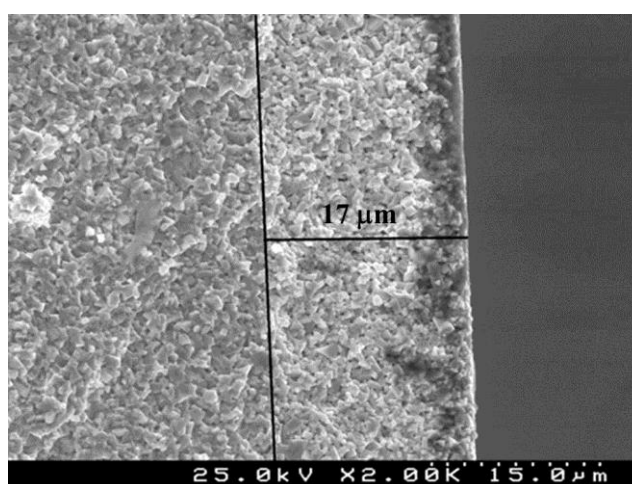


Figura 42 - Profundidade dos pré tratamentos químicos.

Apesar desta delaminação da broca A, esta continuou a cortar enquanto a ferramenta não revestida cedeu por fratura catastrófica. Este facto é devido ao revestimento de diamante que ainda se encontra na superfície da broca, pois uma observação mais detalhada indicia que o filme de diamante continuou a participar no corte. Terá sido este o fator decisivo que proporcionou a diminuição das forças axiais para avanços superiores a 0,1 mm/rotação e o aumento da vida da ferramenta, apesar da rutura da aresta de corte. A elevada profundidade do pré tratamento para aumento da rugosidade superficial e remoção do cobalto fragilizam o substrato de metal duro precisamente na aresta de corte, a zona sujeita aos maiores esforços mecânicos [38]. Esta diminuição das propriedades mecânicas contribui para a ocorrência de uma fratura superficial do metal duro na zona da aresta de corte, como se pode ver nas micrografias da Figura 43, esta fratura favoreceu ainda mais o boleamento da aresta de corte por abrasão. A fratura do metal duro originou a exposição de parte da aresta de corte sem filme de diamante mostrando-se que parte do metal duro está polida devido ao contacto com o compósito durante o corte. A Figura 43 mostra ainda o acabamento superficial de uma broca de metal duro tal como é fornecida pela HAM, verificando-se que a aresta de corte apresenta micro-fratura devido ao acabamento superficial imposto à ferramenta.

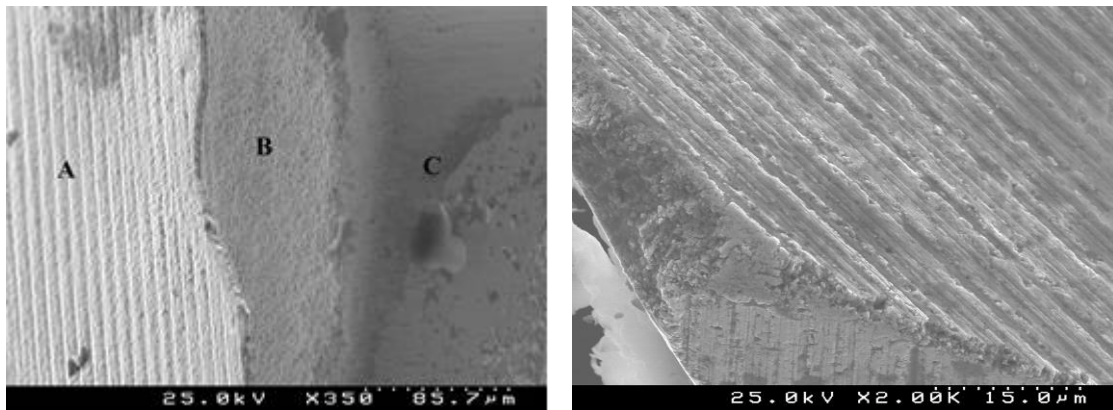


Figura 43 - Aresta de corte, onde é possível observar a fratura do metal duro
A – filme de diamante no qual é possível observar o acabamento superficial da ferramenta; **B** – zona fraturada, onde o acabamento superficial já não se faz notar, devido à fratura; **C** – esquina polida da aresta de corte devido ao contacto com o bloco de MMC. À direita uma micrografia do acabamento superficial de uma ferramenta de metal duro sem revestimento.

Apesar da fratura e da ausência localizada do filme de diamante, os esforços mecânicos durante o corte após a delaminação/fratura da aresta de corte foram divididos por três locais como ilustra a Figura 44. Neste esquema pretende-se explicar o papel que o filme de diamante continuou a desempenhar na aresta principal de corte. Na face de ataque o filme de diamante contribuiu para o corte do material e impediu o efeito de gripagem do alumínio na ferramenta, (aresta postiça por adesão da apara), através da diminuição das forças de atrito. Na face de saída o filme de diamante também diminuiu as forças de atrito da ferramenta na peça aquando da recuperação elástica da mesma. A quina da aresta de corte, sem filme de diamante, continuou também a cortar, onde é possível observar o polimento causado pela fricção do corte. Caso o diamante não desempenhasse este papel, seguramente a broca A sofreria rutura catastrófica como sucedeu com a não revestida.

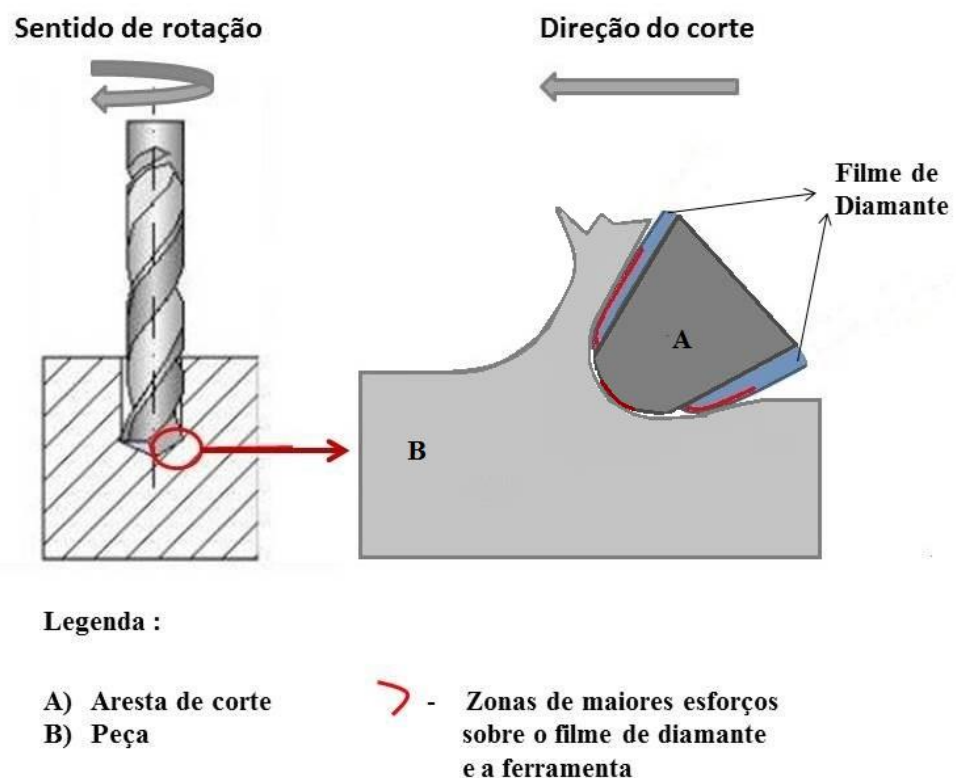


Figura 44 - Dinâmica do corte após fratura da aresta e delaminação parcial, onde se podem ver as zonas mais solicitadas na aresta de corte

As figuras 45 e 46 mostram claramente sob diferentes ampliações as zonas efetivas de corte da broca e os efeitos atrás descritos, no início das faces de ataque e de saída, respetivamente. No diamante que permaneceu nestas duas faces é possível observar vestígios de alumínio e o desgaste nestas “novas arestas” de cortem, Figura 45 e 46a e 46b. Na Figura 45 e nas Figuras 46a e 46b verifica-se que o metal duro imediatamente adjacente não participa no corte, apresentando o aspeto típico de fratura. Nestas últimas é possível observar que o metal duro também esteve em contacto com a peça a furar, como se depreende do aspeto polido da zona que resulta da fratura da aresta de corte. Estes pequenos efeitos do filme de diamante apresentados nestas imagens e no esquema da Figura 46 permitiram que a ferramenta continuasse a trabalhar sem partir, ao contrário do que aconteceu com a ferramenta B, não revestida.

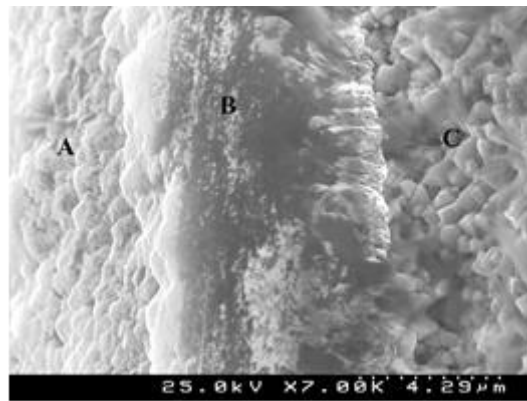


Figura 45 - Início da face de ataque

A – Filme de diamante; **B** – Vista em secção do filme de diamante (polido pela apara), com vestígios de alumínio; **C** – substrato de metal duro sem filme.

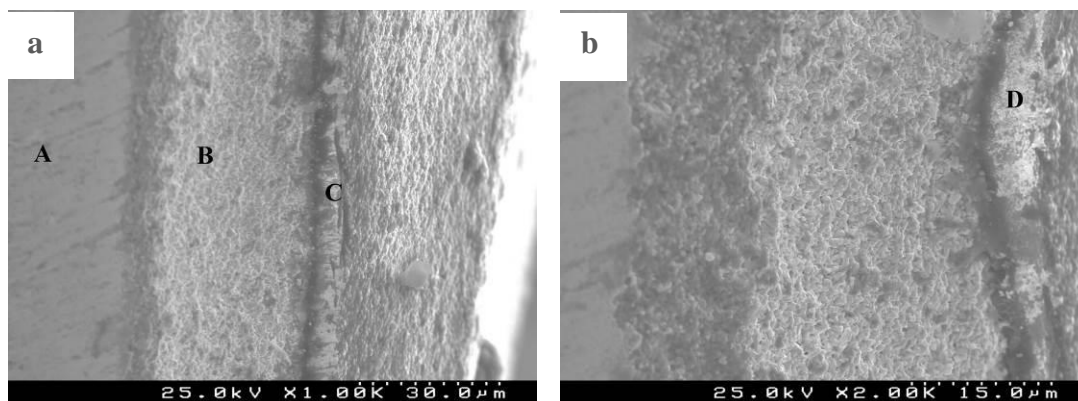


Figura 46 - a e b: Início da face de saída

A- quina polida; **B** – zona sem filme; **C** – início do filme de diamante na face de saída; **D** – vestígios de alumínio sobre o início do filme de diamante na face de saída, que atuou como uma segunda aresta de corte.

Nas Figuras 47a e 47b mostra-se que o revestimento utilizado é multicamada, mas não foi possível concluir sobre potenciais benefícios do mesmo devido à fratura prematura da aresta de corte. Para se utilizarem estas ferramentas no corte do MMC's será necessário desenvolver novas estratégias de preparação de superfície que não comprometam as propriedades mecânicas do substrato ou utilizar em alternativa intercamadas entre o substrato e o filme de diamante, como sugerido por vários autores [16-19].

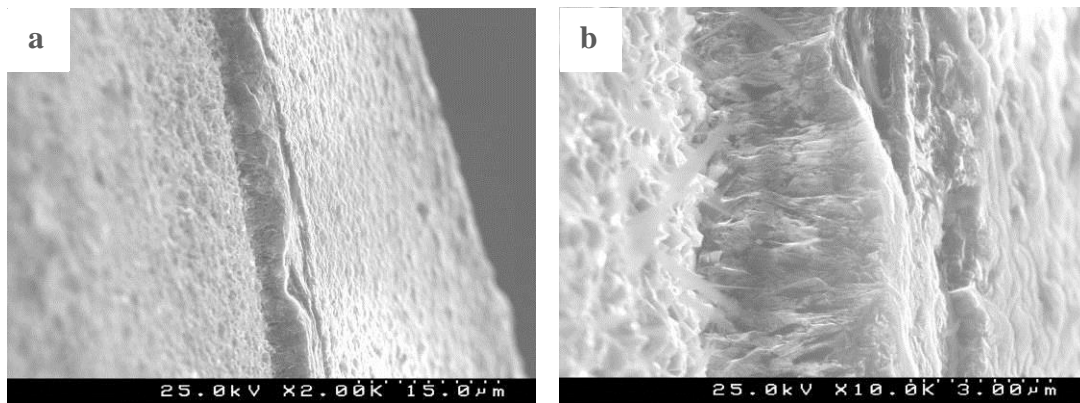


Figura 47- a e b: Início da face de ataque, onde é possível observar o filme de diamante multicamada a delaminar por camadas, sob diferentes ampliações

4. Conclusões

Este trabalho teve como objetivo o desenvolvimento das condições de deposição de novos filmes de diamante em multicamadas micro/nanocristalino, num reator HFCVD de média dimensão. Pretendia-se revestir com estes revestimentos e em simultâneo, múltiplas ferramentas (brocas e fresas) de diversas dimensões, de forma segura e reproduzível.

Para se atingir este objetivo foi necessário alterar o reator, uma vez que as condições existentes não garantiam o cumprimento das condições de deposição, nomeadamente temperaturas de filamentos e de substrato adequadas. As modificações incluíram a utilização de filamentos de W de diâmetro 0,125 mm, a alteração do porta-substratos de cobre por um de cerâmico de nitreto de silício, o isolamento do termopar e a fixação de distâncias entre os tubos que direcionam os gases percursores para as ferramentas e os filamentos e entre os filamentos inferiores e o porta-substratos.

Com base nestas alterações desenvolveram-se as seguintes condições para o crescimento de filmes de diamante microcristalino (MCD) e nanocristalino (NCD), caracterizados por microscopia ótica, eletrónica de varrimento e espectroscopia μ -Raman:

- Para os filmes MCD: fluxo total de 1465 ml/min, com 98,5% de H_2 e 1,5% de CH_4 , temperatura dos filamentos de 2200 °C e do substrato entre 820-850 °C com a pressão a 15 mbar.

- Para os filmes de NCD: fluxo total de 400 ml/min, com 87,6 % de H_2 , 3,6 % de CH_4 e 8,8 % de árgon, temperatura dos filamentos superior a 2175 °C e do substrato a 700 ± 10 °C, com a pressão também a 15 mbar.

O valor de pressão igual para ambos os tipos de diamante (15 mbar) facilita a estabilização das temperaturas e a mudança dos parâmetros nos revestimentos em multicamada. No entanto as taxas de crescimento não foram otimizadas, sendo ainda assim de 1 μ m/hora para MCD e 0,4 μ m/hora para NCD.

Através dos espetros de μ -Raman foram calculados valores de tensão residual para uma broca revestida com 8 camadas alternadas MCD/NCD de -3,10 GPa na ponta da ferramenta, valores inferiores aos registados para filmes apenas constituídos por MCD (-4,6 GPa) ou por NCD (-3,45 GPa). Verificou-se ainda nestas ferramentas que, como o filme de NCD tem taxa de crescimento inferior ao filme MCD, ainda existem extremidades de cristalites de MCD visíveis na última camada

Estas condições de multicamada MCD/NCD foram usadas para revestir em simultâneo um lote de 7 ferramentas com resultados visuais semelhantes aos registados para o revestimento de apenas uma ferramenta.

Deste lote de ferramentas depositadas em simultâneo testou-se uma broca de 3,6 mm de diâmetro na furação de um compósito MMC (Al-15%Al₂O₃). As forças axiais de corte (F_z) e as forças tangenciais (F_x e F_y) medidas através de um dinamómetro tri-axial foram comparadas com as forças de corte sentidas por uma ferramenta não revestida com diâmetro idêntico e com os mesmos parâmetros de furação: avanço, $f = 0,025 - 0,149$ mm/rotação; velocidade de corte, $V_c = 25 - 65$ m/min e velocidade de penetramento, $V_f = 110-660$ mm/min.

Constatou-se que para valores de avanço inferiores a 0,125 mm/rotação a ferramenta revestida apresenta valores de força axial F_z superiores aos da ferramenta não revestida. Para valores de avanço superiores a 0,125 mm/rotação a ferramenta não revestida apresenta valores de força axial superiores acabando eventualmente por fraturar com um avanço de 0,149 mm/rotação.

Após inspeção visual constatou-se que a ferramenta revestida com diamante MCD/NCD em multicamada fraturou na aresta de corte apesar de ter suportado todas as condições de corte testadas. A fratura deve-se muito provavelmente devido ao pré tratamento que remove o cobalto, fragilizando a aresta de corte. No entanto e apesar da fratura, o filme de diamante continuou a participar no processo de corte e foi o fator que impediu a falha catastrófica da ferramenta, como aconteceu com a ferramenta não revestida. O filme de diamante funcionou como uma segunda aresta de corte tanto na face de ataque como na face de saída, o que possibilitou a divisão das forças de corte por esses locais e impediu a fratura da ferramenta.

Para se utilizarem estas ferramentas no corte do MMC, como trabalho futuro será necessário desenvolver novas estratégias de preparação de superfície para a deposição dos filmes de diamante que não comprometam as propriedades mecânicas do substrato. Estratégias essas que poderão passar pela diminuição da profundidade do pré tratamento inicial ou a utilização de filmes entre o substrato e a primeira camada dos filmes de diamante.

Para a deposição de filmes em dezenas de ferramentas simultaneamente, será necessário testar os novos porta-filamentos e porta-substratos.

Bibliografia

- [1] www.durit.com, Página web acedida em 2/9/2015; 14:00.
- [2] U.A. Kashaba, I.A. El- Sonbaty, A.L. Selmy, A.A. Megahed, “Machinability analysis in drilling woven GRF/epoxy composites: Part I – Effect of machining parameters”, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 41, 2009, 392-400.
- [3] Pedro Gonçalo Pereira Duarte, “Maquinação de metal duro pré-sinterizado com diamante CVD”, Universidade de Aveiro, Departamento de Engenharia de Materiais e Cerâmica, Tese de mestrado, 2013.
- [4] F.M. Kustas, L.L. Fehrebnbacher, R. Komanduri, “Nanocoatings on Cutting Tools for Dry Machining, *Annals of the CIRP*, 46, 1997, 39.
- [5] Qiang Zhang, “A Study of High Performance Twist Drill Design and the Associated Predictive Force Models”, The University of New South Wales, 2007, Tese de doutoramento, Capítulos 2, 3, 4.
- [6] J.P. Davim, “Machining, Fundamental and Recent Advances”, Springer 2008, Capítulos 2, 4, 6.
- [7] Rodrigo Lima Stoeterau, “Usinagem de ferramentas com geometria definida”, Escola politécnica da universidade de São Paulo, slides de aula, Pág. 52 a 66. www.sites.poli.usp.br/d/pmr2202/arquivos/.../PMR2202-AULA%20RS2.pdf, acedido a 8/8/2015.
- [8] www.azesautomacao.com, página web acedida em 9/1/2014; 10:48.
- [9] J. Paulo Davim, “Princípios da maquinagem”, 2º edição; Publindústria 2008, Capítulos 1, 3, 4, 6.
- [10] www.industriahoje.com.br/.../tabela_furacao_brocas_acocarbono_dormer.pdf; Ficheiro PDF sobre furação, acedido em 7/1/2015, 12:00.
- [11] https://chasqueweb.ufrgs.br/~ajsouza/ApostilaUsinagem_Parte2.pdf; Universidade Federal do Rio Grande do sul, “Processos de fabricação por usinagem parte 2”. Escola de Engenharia, Departamento de engenharia mecânica, Apostila.
- [12] Flávia Aparecida de Almeida, “Diamante CVD nano e microcristalino para corte de materiais abrasivos”, Universidade de Aveiro, 2007, Tese de doutoramento.
- [13] K. Cheng, “Machining Dynamics Fundamentals, applications and practices”; Ed. Springer, Capítulo 5, 2009.
- [14] www.ebah.pt/content/ABAAABf8MAK/maquinas-furar-brocas-2009; Universidade federal do Pará, “Máquinas de furar e brocas”, Instituto de tecnologia, Faculdade de

Engenharia Mecânica, Belém, Brasil, 2009; acedido em 10/12/2014, 18:00.

[15] Filipe de Sousa Pires, “Diamante nanocristalino CVD sobre graus WC-Co submicrométricos”, Universidade de Aveiro, 2011, Tese de mestrado.

[16] R. Polini, M. Barletta, G. Cristofanilli, “Wear resistance of nano- and micro-crystalline diamond coatings onto WC–Co with Cr/CrN interlayers”, *Thin Solid Films*, 519, 2010, 629–1635.

[17] Q. Wei, Z.M. Yu, M. N.R. Ashfold, J. Ye, L. Ma, “Synthesis of micro- or nano-crystalline diamond films on WC-Co substrates with various pretreatments by hot filament chemical vapor deposition” *Applied Surface Science*, 256, 2010, p. 4357–4364.

[18] C. Faure, W. Hanni, C.J. Schmutz, N. Gervanoni, “Diamond – coated tools”, *Diamond and Related Materials*, 8, 1999, p. 830–833.

[19] T.R. Anthony, J.F. Fleischer “CVD diamond coated twist drills”, US Patent 5022801, 11 junho 1991.

[20] K. Miyoshi, M. Murakawa, S. Watanabe, and S. Takeuchi, Richard L.C. Wu, “Tribological Characteristics and Applications of Superhard Coatings: CVD Diamond, DLC and c-BN”, *Applied Diamond Conference/Frontier Carbon Technology Joint Conference*, Tsukuba, Japan, August 31-September 3, 1999.

[21] J. Zhang, B. Shen, F. Sun, “Development of Nano-Diamond Coated Tools and Their Cutting Performance in Drilling CFRP”, *Proceedings of Shanghai International Nanotechnology Cooperation Symposium*, 2011, p. 33-37.

[22] M. Vila, M. Amaral, F. J. Oliveira, R. F. Silva “ Residual stress minimum in nanocrystalline diamond films, *Applied Physics Letters*, 89, 2006, 093109-1

[23] M. Amaral, A.J.S. Fernandes, M. Vila, F.J. Oliveira, R.F. Silva “ Growth rate improvements in the hot-filament CVD deposition of nanocrystalline diamond, *Diamond and Related Materials*, 15, 2006, 1822 – 1827.

[24] K. Kanda, S. Takehana, S. Yoshida, R. Watanabe, S. Takano, H. Ando, F. Shimakura, “ Aplication of diamond- coated cutting tools”, *Surface and Coatings Technology*, 73, 1995, 115 – 120.

[25] K. Palanikumar, S. Prakash, K. Shanmugam, “Evaluation of delamination in drilling GFRP composites”, *Materials and Manufacturing Processes*, 23, 2008, 858–864.

[26] www.iccm-central.org/.../data/.../P4-68-IK1207.pdf; G. Y. G u, D. J. Kwon, Z. J. Wang, J. U. Kim, I. H. Kim, “Comparison of optimum drilling conditions of aircraft CRFP composites using CVD and PCD tools”, acedido em 7/4/2015 - 15:30.

[27] http://www.hamprecision.com/HAM_Drilling.asp, “catálogo online da HAM

acedido em 4/9/2015 – 12:30.

- [28] R.A. Campos, “Estudos da deposição de filmes de diamante CVD sobre carboneto de tungstênio, com interface controlada de boreto”, Tese de Mestrado, Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais, São José dos Campos, 2009.
- [29] L. Schäfer, C.-P. Klages, U. Meier, K. Kohse-Höinghaus; “Atomic hydrogen concentration profiles at filaments used for chemical vapor deposition of diamond”; *Applied Physics Letters*, 58, 1991, 57.
- [30] K.-H. Chen, M.-C. Chuang, C.M. Penney, W.F. Banholzer; “Temperature and concentration distribution of H₂ and H atoms in hot-filament chemical-vapor deposition of diamond”; *Journal of Applied Physics*, 71, 1992, 1485.
- [31] L.L. Connell, J.W. Fleming, H.-N. Chu, D. J. Vestyck Jr., E. Jensen, J.E. Butler; “Spatially resolved atomic hydrogen concentrations and molecular hydrogen temperature profiles in the chemical-vapor deposition of diamond”; *Journal of Applied Physics*, 78, 1995, 3622.
- [32] P. Roy, S.K. Sarangib, A. Ghoshc, A.K. Chattopadhyayd, “Machinability study of pure aluminium and Al–12% Si alloys against uncoated and coated carbide inserts”, *Int. Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 27, 2009, 535–544.
- [33] F.A. Almeida, J.M. Carrapichano, A.J.S. Fernandes, J. Sacramento, R.F. Silva, F.J. Oliveira, “Nanocrystalline CVD diamond coatings for drilling of WC-Co parts”, *Int. Journal of Refractory Metals and Hard Metals*, 29, 2011, 618-622.
- [34] T. Kobayashia, K.K. Hirakuria, N. Mutsukurab, Y. Machib, “Synthesis of CVD diamond at atmospheric pressure using the hot-filament CVD method”, *Diamond and Related Materials*, 8, 1999, 1057–1060.
- [35] B. Heimann, V. Raiko, V. Buck “Search for scaling parameters for growth rate and purity of hot-filament CVD diamond” *International Journal of Refractory Metals & Hard Materials*, 19, 2001, p.169-175.
- [36] www.drill-service.com.uk “Recommended cutting speeds and feeds for carbide tools”, acedido em 23/11/2015 – 23:00.
- [37] V.G. Ralchenko, A.A. Smolin, V.G. Pereverzev, E.D. Obraztsova, K.G. Korotoushenko, V.I. Konov, Y.V. Lakhotin, E.N. Loubnin, “Diamond deposition on steel with CVD tungsten intermediate layer”, *Diamond and Related Materials*, 4, 1995, 754-758.
- [38] Z. Xu, L. Lev, M. Lukitsch, A. Kumar, “Effects of surface pretreatments on the deposition of adherent diamond coatings on cemented tungsten carbide substrates”, *Diamond and Related Materials*, 16, 2007, 461–466.

Anexo

Desenhos e fotografias do novo porta filamentos e esticador

A Figura A1 mostra as peças já executadas, com base nos desenhos das Figuras e a Figura A2 mostra o novo porta-filamentos montado no interior do reator. Os filamentos serão passados pelos pernos de cobre que estão distanciados de 20 mm o porta-filamentos está desenhado para levar até 7 filas de brocas ou fresas com alturas de revestimento até 10 cm. Cada fila de ferramentas poderá levar entre 10 e 15 brocas, dependendo do diâmetro das mesmas, para um total de peças a revestir entre 70 e 105 de cada vez. Esta peça não foi ainda testada pois o novo porta-substratos (Figuras A8 a A10) não ficou finalizado em tempo útil. O material a usar para a execução deste componente será um cerâmico de nitreto de silício, maquinado após prensagem das peças, que serão sinterizadas sem pressão.

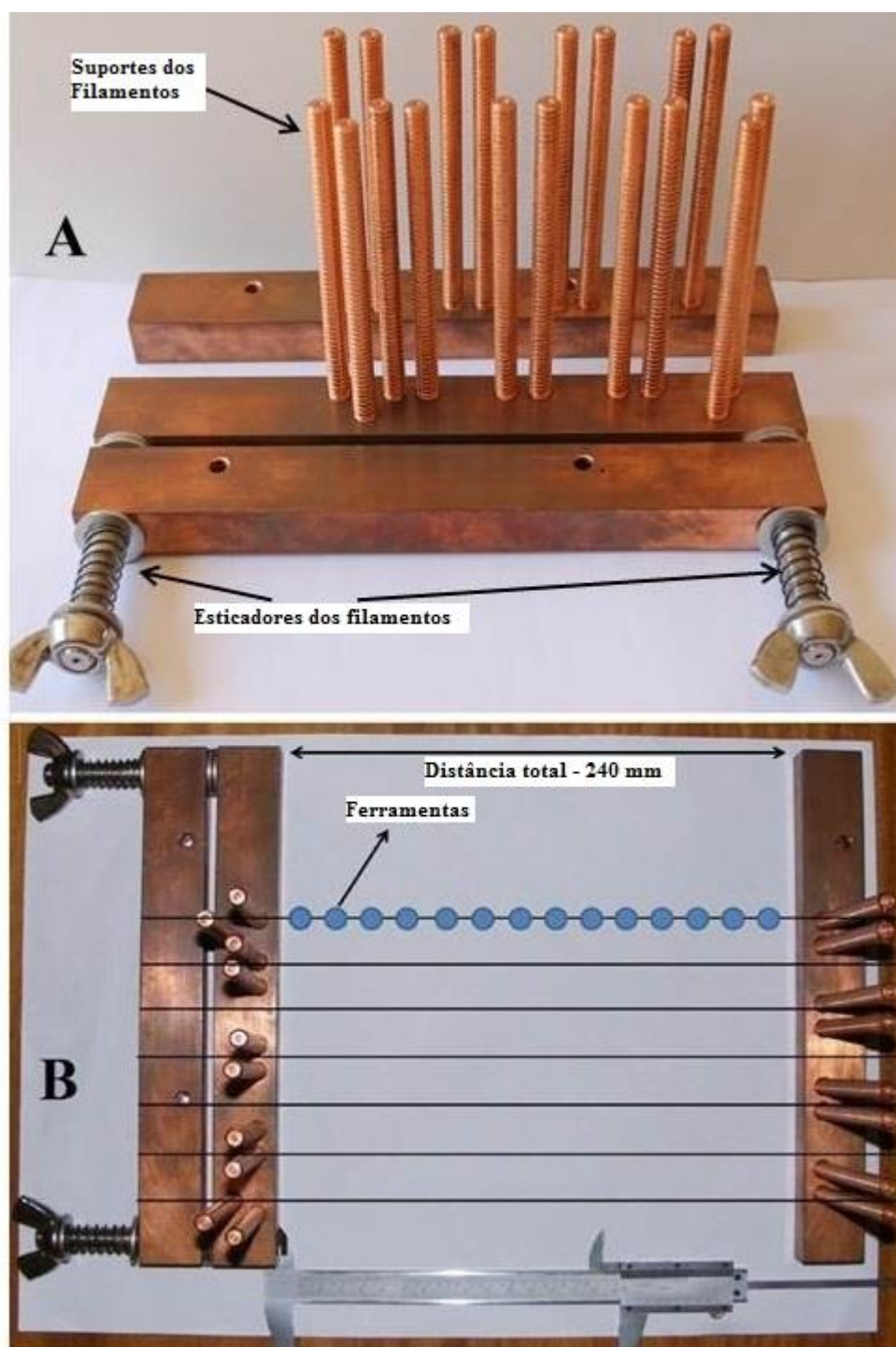


Figura A1 - Novo porta filamentos

A – vista lateral, **B** – vista superior. Cada linha corresponde ao local onde 10 ou mais ferramentas (dependendo do diâmetro das mesmas) podem ser alinhadas entre os filamentos, para a deposição. (A abertura máxima do paquímetro corresponde a 140 mm).

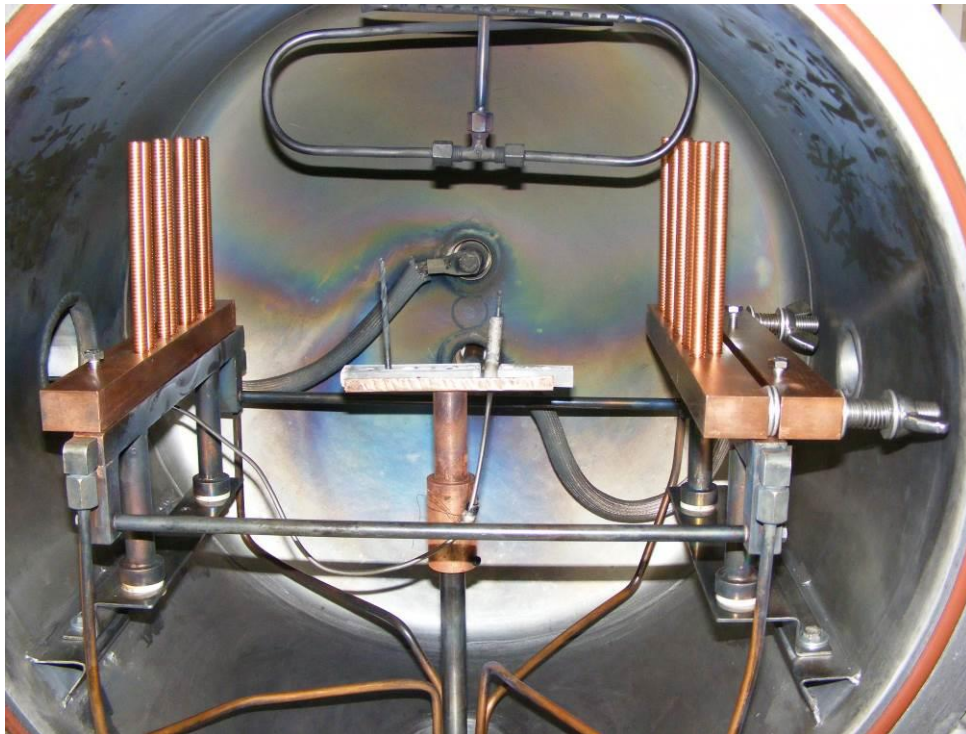


Figura A2 - Novo porta filamentos montado no reator